ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



_____ В.В. Новиков
30 октября *2014 г*

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ И ОТХОДОВ

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОРФОЛОГИЧЕСКОГО СОСТАВА ТВЁРДЫХ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.3.55-08

ФР.1.28.2015.19223

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(Издание 2014 г.)

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен ПНД Ф 16.3.55-08 (издание 2008 г) и действует до выхода нового издания.

Зам. директора ФБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:

Федеральное бюджетное учреждение «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)
Адрес: 117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А
Телефон/факс: (495) 229-50-38, телефон: (495) 943-29-44
E-mail: gost.e-ecolog.ru
www.fcao.ru.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ предназначен для определения морфологического состава твердых отходов производства и потребления гравиметрическим методом.

Морфологический состав твёрдых отходов производства и потребления – это содержание в них отдельных компонентов, значительно отличающихся между собой по происхождению, химическому составу и свойствам (бумага, картон, пищевые отходы, дерево, металл, текстиль, кости, стекло, кожа и резина, камни, полимерные материалы, прочее (неклассифицируемые материалы) и отсев.

К отходам производства относят остатки сырья, материалов, веществ, полуфабрикатов, изделий и иных продуктов, образовавшихся в процессе производства продукции, выработки энергии или выполнения работ (услуг) и утративших полностью или частично исходные потребительские свойства; бракованная продукция; вмещающие и вскрышные породы, образующиеся при добыче полезных ископаемых; побочные и попутные продукты; улавливаемые при очистке отходящих технологических газов и сточных вод твердые вещества; сельскохозяйственные отходы.

К отходам потребления относят все образующиеся в результате потребления и/или эксплуатации готовой продукции виды отходов, включая твердые коммунальные (бытовые) отходы, медицинские и биологические отходы, упаковочные отходы, а также отходы, образующиеся при функционировании культурно-бытовых, учебных учреждений, организаций и предприятий торговли и общественного питания и других предприятий и организаций общественного назначения; остатки веществ, материалов, предметов, изделий, частично или полностью утратившие свои первоначальные потребительские свойства в результате физического или морального износа в процессах потребления и (или) эксплуатации, а также получившие несовместимые с их дальнейшим использованием повреждения в результате нештатных ситуаций.

Морфологический состав характеризует соотношение отдельных составляющих твердых отходов производства и потребления (однородных групп отходов), выраженное в процентах к общей массе.

Диапазон определяемых содержаний от 0,025 % до 100 %.

Для обеспечения метрологических характеристик методики масса отдельных составляющих пробы твердых отходов производства и потребления должна быть не менее 0,5 г.

1 ТРЕБОВАНИЯ К ПОКАЗАТЕЛЯМ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в соответствии с данной методикой значения погрешности результатов измерений не превышает значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Показатели точности методики

Диапазон содержаний (массовая доля), %	Показатель точности [1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ± δ,%
От 0,025 до 0,10 включ.	36
Св. 0,10 до 100 включ.	30

Примечания.

1 Значение показателя точности установлено расчетно-экспериментальным методом.

2 Экспериментальные данные были получены в условиях прецизионности при вариации факторов «оператор», «время». При наборе экспериментальных данных операторы получали результаты для одной и той же исходной усредненной пробы.

3 При расчете суммарной погрешности (показателя точности) учтены:

- погрешности взвешивания исходной усредненной пробы;
- погрешности взвешивания отдельных составляющих исходной усредненной пробы;
- неоднородность исходной усредненной пробы.

2 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, МАТЕРИАЛАМ

2.1.1 Весы лабораторные общего назначения специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228, например, ВЛТЭ-220.

2.1.2 Лопата, ГОСТ 19596-87

2.1.3 Нож почвенный, ГОСТ 23707-95

2.1.4 Емкость для проб (ведро) объемом не менее 3 $дм^3$

2.1.5 Щипцы

2.1.6 Бумага «крафт» или оберточная бумага

2.1.7 Лоток для взвешивания пробы, изготовленный из коррозионностойкого материала.

2.1.8 Герметично закрывающиеся стеклянные (пластиковые) емкости разной вместимости или полиэтиленовые пакеты для отбора и хранения проб

Примечания.

1 Весы лабораторные должны быть поверены в установленном порядке.

[1] Соответствует расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k = 2.

2 Допускается применение других вспомогательных устройств и материалов с техническими характеристиками не хуже приведённых выше.

3.Допускается применение других весов, метрологические характеристики которых не хуже указанных в таблице 2. Поверочный интервал (e) указывается на весах или в документации к весам и, как правило, для лабораторно-аналитической группы поверочный интервал (e) отличается от цены деления весов (d). Для весов, сделанных по ТУ, пределы погрешности нормируются производителем и должны быть указаны в руководстве по эксплуатации.

Таблица 2

Интервалы взвешивания и пределы допускаемой погрешности для весов лабораторных высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2200 г, ценой поверочного деления e = 100 мг и ценой деления шкалы d = 10 мг.

Интервалы взвешивания	Пределы допускаемой погрешности	
	при первичной поверке	в эксплуатации
От 0,5 до 500 г включ.	± 50 мг	± 100 мг
Св. 500 до 2000 г включ.	± 100 мг	± 200 мг
Св. 2000 до 2200 г включ.	± 150 мг	± 300 мг

Поверочный интервал (e) указывается на весах или в документации к весам и, как правило, для лабораторно-аналитической группы поверочный интервал (e) отличается от цены деления весов (d). Для весов, сделанных по ТУ, пределы погрешности нормируются производителем и должны быть указаны в руководстве по эксплуатации.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерения – гравиметрический, основанный на точном измерении массы каждой составной части отхода с дальнейшим определением процентного содержания в общей массе отхода.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.3 Организацию обучения работающих безопасности труда производят по ГОСТ 12.0.004.

4.4 Помещения, в которых проводится сушка проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.5 Разбирать отходы необходимо исключительно в спецодежде, спецобуви, перчатках и марлевых повязках. После окончания работы халаты, повязки, перчатки обрабатывают дезинфицирующими растворами.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лаборантов, прошедших соответствующий инструктаж и освоивших метод в процессе тренировки.

6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия.

– температура окружающего воздуха	(20 ± 5)° С
– атмосферное давление	(84-106) кПа
– относительная влажность	не более 80 % при 25°С
– напряжение в сети	(220 ± 22) В

7 ОТБОР, ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВКА ПРОБ

7.1 Основным требованием к методу отбора и хранения пробы является обеспечение неизменности состава пробы во временном интервале между отбором и выполнением анализа.

7.2 Пробу отбирают из специально оборудованных сооружений, предназначенных для размещения и накопления отходов или непосредственно в местах образования отходов.

Пробы твердых отходов хранят в ёмкостях с притертой или плотно завинченной крышкой или полиэтиленовых пакетах, промаркированных способом, исключающим нарушение маркировки, которая содержит сведения о дате и месте отбора. Пробы твердых отходов не консервируют.

7.3 Первичная объединенная проба образуется из нескольких точечных проб, отобранных в одно и то же время из одного источника образования или накопления отходов.

Для получения пробы, доставляемой на анализ в лабораторию, первичную пробу усредняют, перемешивая, выкладывают на предварительно подготовленную чистую сухую поверхность и отбирают 5 единичных проб по схеме конверта. Из 5 единичных проб при их смешивании получают усредненную пробу массой около 2,0 кг, которую отправляют на анализ.

Отбор проб из емкостей для накопления твердых отходов производят из расчета одна объединенная проба на емкость.

Для твердых отходов, представляющих собой изделия крупных размеров массой более 1 кг, а также для высокотехнологичных изделий (принте-

ры, сканеры, копировальные аппараты, клавиатура) для исследований производят выборку одной единицы данного вида отходов из партии.

7.4 По результатам отбора проб составляется акт отбора проб. В акте регистрируются: дата отбора пробы, цель отбора проб, наименование производителя отхода, наименование отхода, количество пробных площадок (емкостей), масса объединенной пробы, Ф.И.О. и должность лица, проводившего пробоотбор, Ф.И.О. и должность лица, в чьем присутствии производился отбор пробы.

8 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Пробу твердых отходов, доставленную в лабораторию, взвешивают для определения общей массы ($m_{исх}$), и при необходимости распределяют на бумаге (на лотке) ровным слоем и оставляют на воздухе при комнатной температуре до постоянной массы для достижения воздушно-сухого состояния ($m_{общий}$).

Затем пробу разбирают щипцами в предварительно подготовленные емкости (или лотки) по составу (бумага, картон, текстиль, стекло, пластмасса, пищевые отходы, камни, кости, резина, кожа, древесина, металлический лом цветной и черный, уличный смет и прочие, не поддающиеся классификации).

Отдельные составляющие компоненты взвешивают, определяя их процентное соотношение к общей массе отхода, взятого на анализ.

9 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание каждой составной части отхода X_i, % определяют в весовых процентах по отношению к общему весу отхода по формуле:

$$X_i = \frac{m_{сост.}}{m_{общ}} * 100\%,$$

где $m_{сост.}$ – масса составной части отхода, г;

$m_{общ}$ – общая масса отхода, г.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения Xi (%) в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде: $X_i \pm \Delta_i$, P=0,95,

где Xi - результат определения содержания i-ого компонента отхода, %;

Δ_i – абсолютная погрешность измерений i-ой составной части отхода.

Значение Δ_i рассчитывают по формуле: $\Delta_i = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_i$. Значение относительной погрешности δ приведено в таблице 1.

11 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

При необходимости может быть проведена проверка приемлемости результатов определения морфологического состава твердых отходов производства и потребления. При проведении проверки приемлемости результатов измерений, полученных в двух лабораториях используют одну и ту же усредненную пробу, полученную согласно п. 7.

Допускаемые расхождения между двумя результатами определения морфологического состава отходов для одной и той же усредненной пробы не должны превышать:

- предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)} = 0{,}28 \cdot X_{ср}$ при получении результатов в пределах одной лаборатории;
- предела воспроизводимости $R = 0{,}42 \cdot X_{ср}$ при получении результатов в разных лабораториях, $X_{ср}$ – среднее арифметическое результатов определения морфологического состава отходов, полученных в условиях промежуточной прецизионности или воспроизводимости.

При получении согласующихся между собой результатов, принимают решение об удовлетворительной процедуре совместимости результатов определения морфологического состава для одной и той же усредненной пробы, и в качестве окончательного результата может быть принято их общее среднее арифметическое значение.

При получении несогласующихся между собой результатов целесообразно произвести повторный отбор усредненной пробы и повторить процедуру, приведенную выше. При повторном получении несогласующихся результатов выясняют и устраняют причины появления таких результатов.

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль стабильности результатов определения морфологического состава твердых отходов производства и потребления обеспечивают:

- поверкой лабораторных весов;
- периодической проверкой соблюдения процедур определения морфологического состава отходов, приведенных в п.7-10.

Периодичность проведения проверок соблюдения процедур определении морфологического состава отходов и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 009/01.00301-2010/2014

Методика определения морфологического состава твердых отходов производства и потребления гравиметрическим методом,

разработанная ФБУ «ФЦАО» 117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А,

предназначенная для измерений показателей состава твёрдых отходов производства и потребления,

регламентированная в документе ПНД Ф 16.3.55-08 (издание 2014 г.) «Методика определения морфологического состава твердых отходов производства и потребления гравиметрическим методом», издание 2014 г., на 6 стр.

Методика аттестована в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009, и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики методики измерений на одном листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» В.В. Новиков

Дата выдачи: 12.12.20[illegible]

117105, г. Москва, Варшавское ш[illegible]

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 646-6068, 608-7617, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 009/01.00301-2010/2014 об аттестации методики определения морфологического состава твердых отходов производства и потребления гравиметрическим методом на 1 листе

Таблица 1 – Показатели точности методики

Диапазон содержаний (массовая доля), %	Показатель точности [1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ± δ,%
От 0,025 до 0,10 включ.	36
Св. 0,10 до 100 включ.	30

Примечания.

1 Значение показателя точности установлено расчетно-экспериментальным методом.

2 Экспериментальные данные были получены в условиях прецизионности при вариации факторов «оператор», «время». При наборе экспериментальных данных операторы получали результаты для одной и той же исходной усредненной пробы. Порядок получения усредненной пробы приведен в п. 7 методики.

3 При расчете суммарной погрешности (показателя точности) учтены:

- погрешности взвешивания исходной усредненной пробы;
- погрешности взвешивания отдельных составляющих исходной усредненной пробы;
- неоднородность исходной усредненной пробы.

Таблица 2 – Диапазон содержаний, значения пределов промежуточной прецизионности, воспроизводимости при вероятности P=0,95 (при статистической проверке совместимости результатов определения морфологического состава отходов, получаемых в условиях прецизионности и воспроизводимости)

Диапазон содержаний (массовая доля), %	Предел промежуточной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), $R_i(то)$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,025 до100 вкл.	28	42

Примечания.

1.При получении результатов определения морфологического состава отходов в условиях прецизионности используют одну и т же усредненную пробу.

2.Порядок получения двух результатов для одной и той же усредненной пробы в условиях прецизионности и процедуры проверки совместимости этих результатов приведены в п.11 методики.

Главный специалист отдела методического обеспечения ФБУ «ФЦАО», эксперт-метролог СДСЭМ (сертификат № RUM 01.33.00719) Т.Б. Мулюкина

[1] Соответствует расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k = 2.

gost.e-ecolog.ru