ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков

августа 2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО И ПРОКАЛЕННОГО ОСТАТКА В ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ ОТХОДАХ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ, ОСАДКАХ, ШЛАМАХ, АКТИВНОМ ИЛЕ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.2.2:2.3:3.32-02

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2005.01763



МОСКВА 2002г.
(издание 2017 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия » (ФГУ «ФЦАО»).
Протокол заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 15 августа 2005г.

Директор Г.М.Цветков

Методика аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации **№ 26-05 от 25 мая 2005 года**

Методика внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.
Регистрационный код методики в реестре Федерального нформационного фонда по обеспечению единства измерений **ФР.1.31.2005.01763.**

Актуализированное издание 2017г. с изменениями №1, взамен издания 2005г.

Разработчик:
НТФ «Хромос»
Адрес: 115088, г. Москва, ул. Угрешская, 2.
Телефон/факс: (499) 126 -42- 52.
Моб 8-906-086-21-49, 8-902-363-92-72.
E –mail: gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика **преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.**

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для измерений содержанеия сухого и прокаленного остатка в твердых и жидких отходах производства и потребления, осадках, шламах активном иле очистных сооружений, донных отложениях природных и искусственно созданных водоемов гравиметрическим методом.

Диапазон измерений содержания сухого и прокаленного остатка в осадках, шламах, донных отложениях от 5,0 мг/дм^3 до 50000 мг/дм^3 (или от 5,0 млн$^{-1}$ до 50000 млн$^{-1}$ в пересчете на сухое вещество).

Сухой остаток характеризует содержание растворенных минеральных и, частично, органических примесей, а именно:

- температура кипения которых превышает 105°С;
- нелетучих с водяных паром;
- не разлагающихся при температуре 105°С.

Значение содержания прокаленного остатка дает ориентировочное представление о минеральном составе анализируемых проб, потери при прокаливании, а также о содержании легколетучих растворенных органических соединений.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с методикой анализа значение погрешности (и её составляющих) результатов анализа не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1 Метрологические характеристики

Диапазон измерений содержания сухого и прокаленного остатка мг/дм^3 (млн$^{-1}$)	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при P=0,95	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
От 5 до 500 вкл.	11	5
Св. 500 до 50000 вкл.	8	3,5

3 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, ПОСУДЕ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

3.1 Средства измерений

3.1.1 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

3.1.2 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

3.1.3 Колбы мерные вместимостью 1-250-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.4 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-2, 1-2-5, 1-2-10, 1-2-20, 1-2-50, 1-100 по ГОСТ 29169-91.

3.1.5 Цилиндры мерные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770-74.

3.2 Вспомогательное оборудование и посуда

3.2.1 Печь муфельная лабораторная с терморегулятором (например, СНОЛ), позволяющая поддерживать температуру нагрева (600±10) °С.

3.2.2 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром (например, типа ШСС или СНОЛ), позволяющий поддерживать температуру нагрева (105±2) °С.

3.2.3 Стаканчики для взвешивания СВ-14/8, СВ-24/10 (бюксы) по ГОСТ 25336-82.

3.2.4 Воронки стеклянные В-75-110, В-100-150 по ГОСТ 25336-82.

3.2.5 Стаканы В-1-500 ТС, В-1-1000 ТС по ГОСТ 25336-82.

3.2.6 Чашки фарфоровые выпарительные 1, 2, 3 по ГОСТ 9147-80.

3.2.7 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336-82.

3.2.8 Баня водяная лабораторная, обеспечивающая поддержание температуры до (100±5) °С.

3.2.9 Встряхиватель лабораторный любой конструкции.

3.2.10 Насос водоструйный вакуумный по ГОСТ 25336-82.

3.2.11 Ёмкости стеклянные (пластиковые) или пакеты пластиковые для отбора и хранения проб, вместимостью не менее 1000 $см^3$.

3.3 Реактивы и материалы

3.3.1 Калий двухромовокислый, квалификации "х.ч" по ГОСТ 4220-75.

3.3.2 Калий углекислый кислый, квалификации "х.ч" по ГОСТ 4143-78.

3.3.3 Кальций хлористый кальцинированный (в гранулах) по ГОСТ 450-77.

3.3.4 Кислота серная, квалификации "х.ч" по ГОСТ 4204-77.

3.3.5 Кислота соляная, квалификации "х.ч" по ГОСТ 3118-77.

3.3.6 Натрий углекислый кислый, квалификации "ч" по ГОСТ 4201-79.

3.3.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.3.8 Вазелин медицинский по ГОСТ 3582-84.

3.3.9 Силикагель технический по ГОСТ 3956-76.

3.3.10 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по ТУ 2642-001-68085491-2011.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденного типа, вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов (в т.ч. импортных), метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерения содержания сухого остатка основан на взвешивании частиц остатка, получаемого при выпаривании, профильтрованной через фильтр «белая лента», анализируемой пробы, высушенной при t =(105 ± 2)°С в течение (3 ± 0,1) часов и доведенной до постоянной массы.

Метод измерения содержания прокаленного остатка основан на взвешивании остатка, получаемого при прокаливании пробы сухого остатка при температуре (600 ± 5)°С в течение (30 ± 1) минут и доведенного до постоянной массы.

Для обеспечения метрологических характеристик МВИ, приведенных в разделе 2, масса высушенных образцов проб должна находиться в пределах (0,05 - 10,0) г.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении анализов соблюдают требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 При работе с электроустановками соблюдают правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности по инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004-15.

5.5 Помещения лаборатории должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-08.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха	от 15 до 25 ^{0}С;
- атмосферное давление	от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха, не более	80 %;
- напряжение переменного тока, В	(220^{+22}_{-33});
- частота переменного тока, Гц	(50±1).

8 ОТБОР ПРОБ

8.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.4.02-84 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа», ГОСТ 27753.1-88 «Грунты тепличные. Методы отбора проб», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность», а также в соответствии с методическими рекомендациями ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-03 «Отбор проб почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, шламов промышленных сточных вод, отходов промышленного производства и потребления» и других нормативных документов, утвержденных и применяемых в установленном порядке.

8.2 Посуда, пробоотборники и вспомогательные материалы для отбора проб должны быть обработаны согласно п.9.2.

8.3 Твердые отходы, осадки с иловых и шламовых площадок отбирают методом точечных проб послойно с глубины (0 - 5) см, (5 - 20) см и (20 см – не более 1 м), массой не менее 200 г каждая.

Точечные пробы твердых отходов отбирают на пробной площадке послойно с таким расчетом, чтобы каждая проба представляла собой часть осадка типичного для данных сооружений.

Отбирают точечные пробы осадков и шламов с иловых и шламовых площадок в зависимости от физических параметров, т.е. ножом или шпателем из прикопок или зачерпыванием пробоотборником.

Для анализа объединенную пробу составляют путем смешивания не менее чем пяти точечных проб, взятых с одной пробной площадки.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 1 кг.

8.4 Пробы жидкого шлама, осадка, донных отложений отбирают зачерпыванием пробоотборником после тщательного перемешивания, или из трубопровода при перекачивании шлама в приемник (приемную камеру), не ранее, чем через 10 минут работы перекачивающего насоса.

8.5 3-4 точечные пробы жидкого шлама, осадка, донных отложений, объёмом не менее 500 $см^3$ отбирают с интервалом 10 минут. Сливают в ведро и тщательно перемешивают, получая таким образом объединенную пробу.

8.6 Объем отобранной для проведения измерений объединенной пробы жидкого шлама, осадка, донных отложений должен быть не менее 500 $см^3$. Отбирать в стеклянные ёмкости, обработанные согласно 9.2.

8.7 Отобранные пробы хранят в стеклянных сосудах с плотно закрывающейся крышкой не более 3 суток при температуре (4 — 8)°С.

8.8 Перед проведением измерений температуру пробы необходимо привести к температуре окружающей среды согласно 7.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Качество дистиллированной воды проверяют согласно ГОСТ 6709-72.

9.2 Подготовка посуды

9.2.1 Вся посуда и вспомогательные материалы для отбора и хранения проб должны быть тщательно вымыты и очищены «хромовой смесью» и натрием углекислым кислым.

9.2.2 Приготовление «хромовой смеси»

17,0 г калия двухромовокислого (результат взвешивания записывают с точностью до одного десятичного знака) растворяют в 500 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

Срок хранения не более одного года (при сохранении темно-оранжевого цвета смеси) в вытяжном шкафу.

9.3 Приготовление раствора соляной кислоты

В термостойкий стакан вместимостью 500 $см^3$, предварительно заполненный 200 $см^3$ дистиллированной воды, вносят 2,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (осторожно!), хорошо перемешивают. Затем добавляют цилиндром 298 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок годности раствора 1 год.

9.4 Подготовка фарфоровых выпарительных чашек и бюксов к выполнению измерений влажности

9.4.1 Фарфоровые чашки и бюксы обрабатывают согласно 9.2 и пронумеровывают.

9.4.2 Помещают в сушильный шкаф, нагретый до t =(105±2) °С на (5 ± 0,2) часов для сушки и прокаливания.

9.4.3 Высушенные и прокаленные фарфоровые чашки (бюксы) помещают в эксикатор для охлаждения на (30±2) мин.

9.4.4 Взвешивают на технических весах (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака).

9.4.5 Повторно помещают фарфоровые чашки (бюксы) в сушильный шкаф с температурой (105±2)°С на (30 ± 2) мин.

9.4.6 Повторяют операции по 9.4.3 – 9.4.5 до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,01 г.

9.4.7 Все операции по доведению до постоянной массы фиксируют в журнале доведения до постоянного веса.

9.4.8 Хранят подготовленные чашки и бюксы только в эксикаторе.

9.5 Подготовка фарфоровых чашек к выполнению измерений содержания сухого и прокаленного остатков

9.5.1 Фарфоровые чашки обрабатывают согласно 9.2 и пронумеровывают.

9.5.2 Помещают в сушильный шкаф, нагретый до t =(105±2)°С на (5 ± 0,2) часов для сушки и прокаливания.

9.5.3 Высушенные и прокаленные фарфоровые чашки помещают в эксикатор для охлаждения на (30±2) мин.

9.5.4 Взвешивают на аналитических весах (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака).

9.5.5 Повторно помещают фарфоровые чашки в сушильный шкаф с температурой (105±2)°С на (30 ± 2) мин.

9.5.6 Повторяют операции по пп.9.5.3 – 9.5.5 до тех пор, пока разница между двумя взвешиваниями будет не более 0,0005г.

9.5.7 Все операции по доведению до постоянной массы фиксируют в журнале доведения до постоянного веса.

9.5.8 Хранят подготовленные чашки только в эксикаторе.

9.5.9 Новые, впервые используемые фарфоровые чашки, предварительно прокаливают в муфельной печи при t = (600 ± 5)°С в течение (30 ± 2) мин.

9.6 Подготовка эксикатора

9.6.1 Эксикатор тщательно моют и высушивают.

9.6.2 Кальций хлористый гранулированный помещают в фарфоровую чашку вместимостью 500 $см^3$ и прокаливают в муфельной печи при t = (600±5) °С в течение (2 ± 0,2) часов. Охлаждают.

Операцию прокаливания кальция хлористого повторяют не реже 1 раза в месяц.

9.6.3 Заполняют нижний отдел эксикатора кальцием хлористым, подготовленным по 9.6.2.

9.6.4 Пришлифованную поверхность крышки эксикатора смазывают тонким слоем вазелина. При открывании крышки ее сдвигают в сторону, не поднимая в вертикальное положение.

9.7 Определение влажности проб

9.7.1 Пробу твердых отходов, осадка, шлама, донных отложений, отобранную согласно п.8 тщательно перемешивают.

9.7.2 Разделяют анализируемую пробу на две равные части.

9.7.3 Одну часть анализируют в соответствии с разделом 10.

9.7.4 Из второй части пробы отбирают навеску 100,0 г для определения влажности.

9.7.5 Помещают навеску в бюкс с пришлифованной крышкой (при анализе проб с влажностью от 60 % до 90 %), подготовленный по 9.4, или в фарфоровую чашку (при анализе проб с влажностью свыше 90 %), подготовленную по 9.4.

Пробу жидких осадков (шламов) с влажностью свыше 90 %, предварительно выпаривают на водяной бане досуха.

9.7.6 Бюкс (фарфоровую чашку) помещают в сушильный шкаф, нагретый до t = (105±2)°С и выдерживают при вышеуказанной температуре в течение (5±0,2) часов.

9.7.7 Помещают в эксикатор на (30±2) мин.

9.7.8 Взвешивают на технических весах (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака).

9.7.9 Повторно помещают в сушильный шкаф с температурой (105±2)°С на (30±2) мин.

9.7.10 Повторяют операции по 9.7.7 – 9.7.9 до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,01 г.

Примечание - Если при измерении наблюдается увеличение массы высушенной пробы при проведении повторных взвешиваний, за истинную массу высушенного осадка, шлама, донных отложений, отходов принимают наименьший результат.

9.7.11 Вычисляют влажность анализируемой пробы отходов, осадка, шлама, донных отложений W, в долях единицы, по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \quad (1)$$

где m_1 - масса влажной пробы, (разность масс бюкса (фарфоровой чашки) с влажным осадком и пустого бюкса (фарфоровой чашки) г;

m_2 - масса пробы, высушенной при (105 ± 2)°С, (разность масс бюкса (фарфоровой чашки) с высушенной пробой и пустого бюкса (фарфоровой чашки) г.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Выполнение измерений содержания сухого и прокаленного остатка в пробах с массовой долей влаги более 90 %

10.1.1 Выполнение измерений содержания сухого остатка в пробах с массовой долей влаги более 90 %

10.1.1.1 Отбирают соответствующим цилиндром не менее 500 $см^3$ анализируемой пробы осадка, шлама, донных отложений, отфильтровывают через обеззоленный фильтр «белая лента». Для ускорения процесса фильтрации рекомендуется применять водоструйный насос.

10.1.1.2 В зависимости от предполагаемого содержания солей, отбирают соответствующей пипеткой или сухой мерной колбой, объем фильтрата в необходимом количестве (в соответствии с таблицей 2).

Таблица 2 - Рекомендуемый объем проб

Предполагаемое содержание сухого остатка в пробе, мг/дм^3 (млн$^{-1}$)	Содержание солей в анализируемой пробе (по хлоридам), мг/дм^3 (млн$^{-1}$)	Рекомендуемый объем пробы (фильтрата) для проведения анализа, см^3
5,0 – 100,0	25,0 – 50,0	2000 – 1000
100,0 – 500,0	50,0 – 250,0	1000 – 500
500,0 – 50000	250,0 – 25000,0	500 – 10

10.1.1.3 Количественно переносят фильтрат в фарфоровую выпарительную чашку, подготовленную по 9.5, наполняя ее не более чем на 3/4 объема.

10.1.1.4 Выпаривают на кипящей водяной бане досуха, доливая оставшийся фильтрат по мере выпаривания.

10.1.1.5 Внешнюю поверхность выпарительной чашки обтирают фильтровальной бумагой, смоченной раствором соляной кислоты, приготовленной по 9.3.

10.1.1.6 Обтирают внешнюю поверхность чашки фильтровальной бумагой, смоченной в дистиллированной воде и высушивают фильтровальной бумагой.

10.1.1.7 Помещают чашку с сухим остатком в сушильный шкаф, нагретый до температуры t =(105±2) °С.

10.1.1.8 Выдерживают в сушильном шкафу при вышеуказанной температуре (5 ± 0,2) часов.

10.1.1.9 Высушенные фарфоровые чашки с сухим остатком помещают в эксикатор, подготовленный по п.9.6, на (30 ± 2) минут.

10.1.1.10 Взвешивают на аналитических весах (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

10.1.1.11 Повторно помещают фарфоровые чашки в сушильный шкаф с температурой (105 ± 2) °С на (30 ± 2) минут.

10.1.1.12 Повторяют операции по (10.1.1.9 – 10.1.1.11), доводя чашку с остатком до постоянной массы, пока разница между двумя повторными взвешиваниями будет не более 0,0005 г.

10.1.1.13 Все операции по доведению до постоянной массы фиксируют в журнале доведения до постоянного веса.

10.1.2 Выполнение измерений содержания прокаленного остатка в пробах с массовой долей влаги более 90 %

10.1.2.1 Фарфоровую чашку с сухим остатком, после проведения измерений по (10.1.1.1 – 10.1.1.13), помещают на (30 ± 1) мин в муфельную печь, нагретую до температуры (600±5)°С.

10.1.2.2 Прокаленную фарфоровую чашку переносят в эксикатор и охлаждают в течение (60±5) мин.

10.1.2.3 Взвешивают на аналитических весах (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

10.1.2.4 Фиксируют вес в журнале доведения до постоянного веса.

10.2 Выполнение измерений содержания сухого и прокаленного остатка в пробах с массовой долей влаги менее 90 %

10.2.1 Выполнение измерений содержания сухого остатка в пробах с массовой долей влаги менее 90 %

10.2.1.1 Взвешивают в конической колбе вместимостью 500 см^3 на технических весах 100,0 г анализируемой пробы.

10.2.1.2 Добавляют в пробу мерным цилиндром дистиллированную воду. Объем добавленной воды должен обеспечивать получение пробы с массовой долей влаги более 90 %, и общей массой не менее 500 г.

Объем прибавляемой воды, V_{H2O}, см^3, точно измеряют и записывают.

10.2.1.3 Колбу, с подготовленной по 10.2.1.1 – 10.2.1.2 пробой, закрывают пробкой и взбалтывают на лабораторном встряхивателе в течение (6 ± 0,1) часов.

10.2.1.4 Проводят измерения по 10.1.1.1 – 10.1.1.13.

10.2.2 Выполнение измерений содержания прокаленного остатка в пробах с массовой долей влаги менее 90 %

Чашку с сухим остатком после выполнения измерений по 10.2.1.1 – 10.2.1.4 помещают на (30 ± 1) мин в муфельную печь, нагретую до температуры t =(600±5)°С и далее проводят измерения по 10.1.2.2 – 10.1.2.4.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Вычисление содержания сухого остатка

11.1.1 Вычисление массовой концентрации сухого остатка, X, мг/дм^3, производят по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000 \cdot 1000}{V_{пробы}} \qquad (2)$$

где m_1 - масса выпарительной чашки с сухим остатком, г;

m_2 - масса пустой выпарительной чашки, г;

$V_{пробы}$ - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см^3.

11.1.2 Вычисление массовой доли сухого остатка, X, млн$^{-1}$, производят по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 1000\cdot 1000\cdot V_{H_2O}}{V_{пробы}\cdot m_1\cdot(1-W)}, \quad (3)$$

где m_1 - масса выпарительной чашки (бюкса) с сухим остатком, г;

m_2 - масса пустой выпарительной чашки (бюкса), г;

$V_{пробы}$ - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см^3;

V_{H2O} - объем дистиллированной воды, взятый для доведения влажности пробы до ≥ 90% по 10.2.1.2, см^3;

m_1 (1-W) - масса сухого вещества пробы осадка, шлама, активного ила, отходов, донного отложения, взятого для анализа (с учетом влажности анализируемой пробы W, в долях единицы, по 9.7.

11.2 Вычисление содержания прокаленного остатка

11.2.1 Вычисление массовой концентрации прокаленного остатка, X, мг/дм^3, производят по формуле

$$X = \frac{(m_3 - m_2)\cdot 1000\cdot 1000}{V_{пробы}}, \quad (4)$$

где m_3 - масса выпарительной чашки с прокаленным остатком, г;

m_2 - масса пустой выпарительной чашки, г;

$V_{пробы}$ - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см^3.

11.2.2 Вычисление массовой концентрации прокаленного остатка, X, млн$^{-1}$, производят по формуле

$$X = \frac{(m_3 - m_2)\cdot 1000\cdot 1000\cdot V_{H_2O}}{V_{пробы}\cdot m_3\cdot(1-W)}, \quad (5)$$

где m_3 - масса выпарительной чашки (бюкса) с прокаленным остатком, г;

m_2 - масса пустой выпарительной чашки (бюкса), г;

$V_{пробы}$ - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см^3;

V_{H2O} - объем дистиллированной воды, добавленный для доведения влажности пробы до ≥ 90 % по 10.2.1.2, см^3.

m3. (1-W) - масса сухого вещества пробы осадка, шлама, активного ила, отходов, донного отложения, взятого для анализа (с учетом влажности анализируемой пробы W, в долях единицы, по п.9.7).

11.3 Результат анализа в документах, предусматривающих его исполнение, представляют в виде

$$X \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot X \text{ , при P=0,95}$$

где ±δ – границы относительной погрешности измерений, % (таблица1).

Если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «содержание остатка менее 5,0 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) (более 50000 мг/дм^3 (млн$^{-1}$))».

12 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий, при проведении процедур подтверждении компетентности аккредитованных лабораторий, при арбитражных измерениях).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение (резервные пробы).

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с пределом воспроизводимости, R, по формуле

$$|X_1 - X_2| \leq R \qquad (1)$$

где X_1, X_2 - значение остатка, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$$R = 2{,}77 \ \sigma_R \qquad (2)$$

где σ_R – показатель воспроизводимости, (таблица 1).

Если предел воспроизводимости не превышен, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если предел воспроизводимости превышен, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.4).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности, установленной в лаборатории по п.6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют используемое оборудование и работу оператора.

ВНИИМС

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО–ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail gost.e-ecolog.ru Тел. (095) 437 9419
Факс: (095) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 26-05

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

Методика выполнения измерений содержания сухого и прокалённого остатка в твёрдых и жидких отходах производства и потребления, осадках, шламах, активном иле, донных отложениях гравиметрическим методом

Методика выполнения измерений содержания сухого и прокалённого остатка в твёрдых и жидких отходах производства и потребления, осадках, шламах, активном иле, донных отложениях гравиметрическим методом, разработанная НТФ "Хромос" и ОАО "Каустик", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–96 и ГОСТ Р ИСО 5725–2002 (Части 1-6).

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности.

Дата выдачи *25 мая 2005 года*

Заместитель директора В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений содержания сухого и прокалённого остатка, мг/дм^3 (млн$^{-1}$)	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %, при P=0,95	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
От 5 до 500 вкл.	11	5
Св. 500 до 50000 вкл.	8	3,5

Начальник сектора О. Л. Рутенберг

gost.e-ecolog.ru