ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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



К.А. Сапрыкин

«25» декабря 2008 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ ОТХОДАХ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ, ПОЧВАХ, ОСАДКАХ, ШЛАМАХ, АКТИВНОМ ИЛЕ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.1:2.2:2.3:3.58-08

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2009.05394



МОСКВА
2008г.
(издание 2017г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГУ «ФЦАО»).

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО» М.Ю. Гавриков

Методика выполнения измерений аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследователь- ский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»),

Свидетельство об аттестации **№ 119-08 от 22 декабря 2008 года**,

Методика внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Регистрационный код методики в реестре Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений **ФР.1.31.2009.05394.**

Актуализированное издание 2017г. с изменениями №1, взамен издания 2008г.

Учётный экземпляр

Принадлежит

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 выполнения измерений массовой доли влаги в твердых и жидких отходах производства и потребления, почвах, осадках, шламах, активном или очистных сооружений, донных отложениях природных и искусственно созданных водоемов гравиметрическим методом.

Диапазон измерений массовой доли влаги от 0,05 % до 99 %.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

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

Таблица 1 Метрологические характеристики

Контролируемая среда	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P = 0,95, n = 2
Почва, твердые и жидкие отходы, осадки, шлам, активный ил, донные отложения	От 0,05 до 0,20 вкл.	20	7	10	19
	Св. 0,20 до 1,0 вкл.	16	5	8	14
	Св. 1,0 до 25 вкл.	10	3	4,5	8
	Св. 25 до 99 вкл.	7	2	3	5,5

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

3.1 Средства измерений

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

3.2 Вспомогательные устройства и оборудование

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

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

3.2.3 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336-82.

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

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

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

3.2.7 Часы или таймер

3.3 Реактивы и материалы

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

3.3.3 Вазелин медицинский по ГОСТ 3582-84.

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 основан на весовом определении количества удаленной влаги при t = (105 ± 2)°С из проб, и при t = (80 ± 2)° С при измерениях влажности загипсованных почв.

Массовую долю влаги определяют как отношение массы воды, удаленной из исследуемой пробы высушиванием до постоянной массы, к массе влажной пробы.

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 12.0.004-90.

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 или 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 ^{0}С 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 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка эксикатора

8.1.1 Эксикатор тщательно моют и высушивают.

8.1.2 Кальций хлористый гранулированный помещают в фарфоровую чашку вместимостью 500 см^3 и прокаливают в муфельной печи при температуре (600 ± 5)°С в течение (2 ± 0,1) часов

8.1.3 Заполняют нижнюю часть эксикатора свежепрокаленным хлористым кальцием. Операцию прокаливания повторяют не реже 1 раза в месяц.

8.1.4 Пришлифованную поверхность крышки эксикатора смазывают тонким слоем вазелина.

8.2 Подготовка выпарительных чашек для взвешивания остатков

Чашку для взвешивания высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2)°С в течение (2 ± 0,1) часов. Далее чашку переносят в эксикатор, нижняя часть которого заполнена хлористым кальцием, для охлаждения в течение (30 ± 1) минут, после чего взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Затем чашку снова ставят на (30 ± 1) минут в сушильный шкаф. Охлаждение и взвешивание повторяют. Чашку считают доведенной до постоянной массы, если разность результатов двух последующих взвешиваний не превышает 0,02 г.

9 ОТБОР ПРОБ

9.1 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 по-

требления» и других нормативных документов, утвержденных и применяемых в установленном порядке.

9.2 Пробы твердых отходов, почв, осадков с иловых и шламовых площадок отбирают методом точечных проб послойно с глубины (0 - 5) см, (5 - 20) см, (50 – не более 100) см, массой не менее 200 г каждая.

Точечные пробы отбирают на пробной площадке послойно с таким расчетом, чтобы каждая проба представляла собой часть осадка типичную 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.

9.3 Пробы жидких осадков и активного ила отбирают из трубопроводов или других технологических сооружений с учетом конструкции:

- осадок после отстойников, илоуплотнителей, метантенков отбирают из трубопровода при перекачивании осадка в приемник, не ранее чем через 10 минут работы перекачивающего насоса;

- активный ил отбирают зачерпыванием специальным пробоотборником из сборного лотка.

Точечные пробы осадков отбирают с интервалом 10 минут в количестве (3 – 4), объемом не менее 500 $см^3$. Сливают в ведро, тщательно перемешивают. Для анализа отбирают объединенную пробу в отдельные стеклянные сосуды вместимостью (0,5 – 2) $дм^3$.

9.4 Пробы для определения массовой доли влаги хранению не подлежат.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В выпарительную чашку, предварительно подготовленную и взвешенную по п.8.2, наливают или насыпают ложкой хорошо перемешанную пробу: твердого отхода, почвы, осадка, шлама - массой (20 – 50) г; активного ила – массой 100 г; жидкого осадка (шлама) – массой (50 -100) г Количество пробы для определения массовой доли влаги подбирают таким образом, чтобы масса высушенной пробы составляла (0,10 - 5,00) г. Пробу выпаривают досуха на кипящей водяной бане, затем ставят в сушильный шкаф и сушат при (105 ± 2)°С в течение (30 ± 2) минут и далее доводят до постоянной массы (см. п. 8.2).

Выполняют два параллельных определения.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Массовую долю влаги в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 100}{m} \qquad (1)$$

где m_1 - масса чашки с влажной пробой, г;
m_2 - масса чашки с сухой пробой, г;
m - масса пробы, взятая на анализ, г.

Результат измерений массовой доли влаги X, %, регистрируют до второго десятичного знака.

11.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r \qquad (2)$$

где X_1, X_2- результаты параллельных определений массовой доли влаги, %;
r - значение предела повторяемости, % (таблица 1).

11.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4\cdot|X_{max} - X_{min}|\cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95} \qquad (3)$$

где X_{max}, X_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой доли влаги, %;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n - результатов определений

$$CR_{0,95} = f(n)\cdot\sigma_r$$

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3{,}6\cdot\sigma_r \qquad (4)$$

где σ_r - показатель повторяемости, % (таблица 1).

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

11.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.2, 11.3, масс. доля, %.

±δ – границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись: "массовая доля влаги менее 0,05 % (более 99 %)".

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 критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2 \cdot \left| X_{cp1} - X_{cp2} \right| \cdot 100}{(X_{cp1} + X_{cp2})} \le CD_{0,95} \qquad (5)$$

X_{cp1}, X_{cp2} - средние значения массовой доли влаги, полученные в первой и второй лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ - значение критической разности, рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} \qquad (6)$$

где R - предел воспроизводимости, %, $R = 2,77 \cdot \sigma_R$,
где σ_R – показатель воспроизводимости, % (таблица 1);

r - предел повторяемости, % (таблица 1);

n - количество параллельных определений.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическая разность превышена, 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 по 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 работу оператора.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВНИИМС ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail: an gost.e-ecolog.ru Тел. (495) 437 9419
Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 119-08

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ ОТХОДАХ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ, ПОЧВАХ, ОСАДКАХ, ШЛАМАХ, АКТИВНОМ ИЛЕ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Методика выполнения измерений массовой доли влаги в твердых и жидких отходах производства и потребления, почвах, осадках, шламах, активном иле, донных отложениях гравиметрическим методом, разработанная НТФ "Хромос", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–96, ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

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 22 декабря 2008 года

Заместитель директора В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Контролируемая среда	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P = 0,95, n = 2
Почва, твердые и жидкие отходы, осадки, шлам, активный ил, донные отложения	От 0,05 до 0,20 вкл.	20	7	10	19
	Св. 0,20 до 1,0 вкл.	16	5	8	14
	Св. 1,0 до 25 вкл.	10	3	4,5	8
	Св. 25 до 99 вкл.	7	2	3	5,5

Начальник сектора О.Л. Рутенберг

Научный сотрудник С.В. Вихрова

gost.e-ecolog.ru