ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков

2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

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

ПНД Ф 16.2.2:2.3:3.27-02

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2005.01757



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 № 20-05 **от 28 марта 2005 года.**

Методика внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Регистрационный код методики в реестре Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений **ФР.1.31.2005.01757**

Актуализированное издание 2017г. с изменениями №1.

Разработчик:
ООО 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

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для выполнения измерений массовой доли влаги (влажности) 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 массовой доли влаги (влажности) от 60,00 % до 99,80 %.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

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

Таблица 1- Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой доли влаги (влажности), %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, масс. доля, %, при P=0,95	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, масс. доля, %
Сырой, сброженный осадок: От 60,00 до 99,80 вкл.	0,18	0,09
Шлам, твердые и жидкие отходы: От 60,00 до 99,00 вкл.	0,18	0,09
Донные отложения: От 60,00 до 99,00 вкл.	0,18	0,09
Активный ил: От 80,00 до 99,80 вкл.	0,18	0,09

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

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

3.2.2 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336-83.

3.2.3Чашки фарфоровые выпарительные 1, 2, 3 по ГОСТ 9147-80.

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

3.2.5 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 Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450-77.

3.3.2 Вазелин 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, при измерениях влажности загипсованных почв – температура высушивания t = (80 ± 2)° С .

Массовая доля влаги определяется 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 инструкциям, 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 или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

Атмосферное давление, кПа	(84 – 106);
(мм рт.ст.)	(730 – 780);
Температура воздуха, °С	(20 ± 5);
Относительная влажность воздуха, %	не более 80 ;
Напряжение питания электросети, 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 t = (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 t = (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 разница 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 потребления» 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 t =(105 ± 2)°С в течение (30 ± 2) минут и далее доводят до постоянной массы (см. п.8.2).

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

где m_1 - масса чашки с влажным осадком, г;
m_2 - масса чашки с сухим осадком, г;
m - масса пробы, взятая на анализ, г.

Результат измерений массовой доли влаги (влажности), %, регистрируют до второго десятичного знака.

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

$$X \pm \Delta, \text{ при } P=0,95$$

где $\pm\Delta$ – границы абсолютной погрешности измерений, массовая доля, % (таблица 1).

Если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, установленного в методике, то результат измерений представляют в виде:
«массовая доля влаги сырого (сброженного) осадка менее 60,00 % (более 99,80%)»;
«массовая доля влаги шлама (твердых и жидких отходов) менее 60,00 % (более 99,00%)»;
«массовая доля влаги донных отложений менее 60,00 % (более 99,00%)»;
«массовая доля влаги активного ила менее 80,00 % (более 99,80%)»;

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

$$|X_1 - X_2| \leq R \quad (2)$$

где X_1, X_2 - значения массовой доли влаги, полученные в первой и второй лабораториях, %;

$$R = 2,77 \ \sigma_R \quad (3)$$

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 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, 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 проверяют применяемое оборудование и работу оператора

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО–ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

ВНИИМС

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

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 20-05

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

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

Методика выполнения измерений содержания влаги 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 *28 марта 2005 года*

Заместитель директора В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли влаги (влажности), %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, масс. доля, %, при P=0,95	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, масс. доля, %
Сырой, сброженный осадок: От 60,00 до 99,80 вкл.	0,18	0,09
Шлам, тв. отходы: От 60,00 до 99,00 вкл.	0,18	0,09
Донные отложения: От 60,00 до 99,00 вкл.	0,18	0,09
Активный ил: От 80,00 до 99,80 вкл.	0,18	0,09

Начальник сектора О. Л. Рутенберг

gost.e-ecolog.ru