ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А.Соловьянов
«9» марта 1999 г.

ОТХОДЫ МИНЕРАЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОТБОРУ И ПОДГОТОВКЕ ПРОБ. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ.

ПНД Ф 12.4.2.1 - 99

Издание официальное

Москва, 1999

gost.e-ecolog.ru

1. РАССМОТРЕН И ОДОБРЕН

Управлением государственного экологического контроля и безопасности окружающей среды

Начальник Управления _____ В.В. Куценко

наименование заказчика документа

2. РАЗРАБОТАН

Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности Росприроднадзора России

Начальник Управления _____ Г.М. Цветков

Наименование организации-разработчика документа

ФГУ «ФЦАО» для документов

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	2
1. Нормативные ссылки	2
2. Термины и определения	3
3. Обозначения и сокращения	4
4. Место отбора проб	4
5. Периодичность отбора проб	5
6. Оборудование	6
7. Подготовка к отбору проб	7
8. Методы отбора проб	8
9. Подготовка лабораторной пробы	10
10. Транспортировка и хранение проб, упаковка и маркировка	14
11. Охрана здоровья и окружающей среды при отборе и подготовке проб	15

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий нормативный документ устанавливает общие требования к отбору представительной пробы отходов, образующихся на любой стадии переработки сырья минерального происхождения. *

Нормативный документ не распространяется на отходы минерального происхождения, выделенные в третьем блоке Федерального классификационного каталога отходов, а именно отходы различных металлов и сплавов (коды 350000, 351000, 353000, 355000), а также радиоактивные отходы минерального происхождения.

Нормативный документ предназначен для применения государственными природоохранными организациями, а также предприятиями и организациями, осуществляющими государственный и производственный экологический контроль в области обращения с отходами.

Настоящий нормативный документ рассчитан на отбор проб от исходного материала крупностью не более 100 мм. Допускается отбор проб от материала крупнее 100 мм, но с применением специальных способов отбора.

Отбор проб от находящегося в движении материала производят в процессе его дискретного (машины, вагоны, контейнеры и пр.), или непрерывного пополнения (пульпопровод, транспортерная лента и пр.).

1. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие документы:

1.1. ГОСТ 14180 Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги.

1.2. ГОСТ 15054 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги.

1.3. ГОСТ 15895 Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения.

---

* - определение смотри на 16 странице

1.4. ГОСТ 26565 Огнеупоры неформованные. Методы отбора и подготовки проб.

1.5. ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

1.6. ГОСТ 12.0.003 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.

1.7. ГОСТ 12.0.004 ССБТ. Организация обучения безопасности труда.

1.8. ГОСТ 12.1.003 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.

1.9. ГОСТ 12.1.005 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

1.10. ГОСТ 12.1.019 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

1.11. ГОСТ 12.1.050 ССБТ. Методы измерения шума на рабочих местах.

1.12. ГОСТ 12.4.021.ССБТ. Системы вентиляции. Общие требования.

1.13. ГОСТ 17.4.3.01 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

1.14. Временные методические рекомендации по проведению инвентаризации мест захоронения и хранения отходов в Российской Федерации. Минприроды России, утверждены 01.07.95.

2. ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

2.1. **Проба, объем пробы, точечная проба, объединенная проба, подготовка пробы** - по ГОСТ 15895.

2.2. **Отходы производства и потребления (далее отходы)** - остатки сырья, материалов, полуфабрикатов, иных изделий или продуктов, которые образовались в процессе производства или потребления, а также товары (продукция) утратившие свои потребительские свойства.

2.3. **Хранение отходов** – содержание отходов в объектах размещения отходов в целях их последующего захоронения, обезвреживания или использования.

2.4. **Объект для размещения отходов** – специально оборудованное сооружение, предназначенное для размещения отходов (полигон, шламохранилище, хвостохранилища, отвал горных пород и другое).

2.5. **Шламонакопители, хвостохранилища** - сооружения для размещения хвостов обогащения полезных ископаемых, осадков сточных вод, шламов, шлаков, зол, илов и т.п., жидких, пастообразных или твердых отходов, обустроенные и эксплуатируемые в соответствии с проектом.

2.6. **Отвалы, терриконы, шлакозолоотвалы, штабеля** - искусственная насыпь из отвальных грунтов или некондиционных полезных ископаемых, промышленных отходов.

2.7. **Однородный участок** – часть отходов, находящихся на объекте для размещения отходов и характеризующихся материалом близким по составу, крупности и влажности.

2.8. **Лабораторная проба** - масса материала, полученная путем подготовки объединенной (или точечной) пробы и предназначенная для определения состава и свойств материала.

2.9. **Сокращение** - стадия подготовки пробы до лабораторной, заключающаяся в уменьшении массы материала пробы.

3. ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

МВИ - методика выполнения измерений.

НД - нормативный документ.

4. МЕСТО ОТБОРА ПРОБ

4.1. Отходы подвергают осмотру для визуального определения участков однородных по составу, крупности и влажности материала отходов. Однородные по составу, крупности или влажности участки опробуются раздельно. Участок должен характеризоваться однородным строением и на глубину.

4.2. Однородный участок характеризуется не менее чем одной объединенной пробой. Точечные пробы отбираются в пределах однородного участка по равномерной сети, при этом составляется план (схема) участка с фиксацией мест отбора точечных проб.

4.3. В зависимости от поставленных целей точечные пробы характеризуют или всю толщину (мощность) отходов однородного участка или какой-то определенный их уровень (например, поверхность, горизонт или слой).

4.4. Отбор проб производят из расчисток, закопушек, канав, шурфов, скважин или непосредственно с поверхности.

4.5. В зависимости от целей исследования отбор проб может осуществляться от материала, находящегося в процессе его дискретного (машины, вагоны, контейнеры и пр.) или непрерывного пополнения (пульпопровод, транспортерная лента и пр.). При дискретном пополнении отходов отбор проб осуществляют в транспортных емкостях. При перемещении отходов с помощью транспортных устройств непрерывного действия отбор проб производят на перепаде потока через равные промежутки времени или после прохождения определенной массы отходов.

4.6. По результатам отбора проб составляется акт отбора точечных проб со схемой их размещения. В акте должны быть указаны следующие данные: должности и фамилии работников, отобравшего пробы и присутствовавшего при отборе, наименование и ведомственная принадлежность объекта для размещения отходов, место отбора (участок, горизонт, слой), характеристика материала отходов, цель отбора проб, номера отобранных точечных проб, период отбора проб, дата составления акта и подписи лиц, отобравшего и присутствовавшего при отборе.

5. ПЕРИОДИЧНОСТЬ ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб в местах захоронения и хранения отходов выполняется при проведении их инвентаризации один раз в три года (п.1.14).

На действующих объектах размещения отходов отбор проб производится не реже одного раза в год.

При осуществлении производственного экологического контроля за отходами периодичность отбора проб определяется планом-графиком, согласованным с территориальными природоохранными органами.

6. ОБОРУДОВАНИЕ

Отбор проб осуществляется ручным или механизированным способами.

Для ручного отбора проб применяют лопаты, совки, молотки, буры, щупы и шнеки с кожухом различных конструкций и прочие инструменты.

Механизированный отбор проб осуществляют с применением секторных, ковшовых, лотковых и других пробоотборников и отсекающих рам.

Для проходки скважин применяют буровые станки и установки различных конструкций, обеспечивающих представительный отбор проб. Шурфы также могут проходиться механизированным способом.

При подготовке проб применяют:

- дробилки и мельницы, обеспечивающие дробление и измельчение исходного материала до соответствующей крупности;
- истиратели, обеспечивающие истирание лабораторной пробы до требуемого размера по МВИ;
- делители различных конструкций, отвечающие крупности дробления и измельчения;
- молоток массой от 0,4 до 1,0 кг;
- зубило;
- наборы сит, с размерами отверстий, отвечающих крупности дробления и измельчения;
- весы лабораторные;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру сушки (105±5) ^{0}C и (150±5) ^{0}C,
- склянки из темного стекла;
- бумага «крафт».

7. ПОДГОТОВКА К ОТБОРУ ПРОБ

7.1. Масса точечной пробы.

7.1.1. Минимальную массу точечной пробы устанавливают, исходя из максимального размера куска материала и способа отбора проб.

7.1.2. Размер максимального куска определяют визуально. Кроме того, максимальный размер куска может быть также установлен в результате выполнения ситового анализа.

7.1.3. За размер максимального куска принимают:

размер кусков, масса которых в опробуемом материале составляет не менее 5% или

размер отверстия сита, на котором после окончания рассева остается около 5% материала по массе или

равным 100 мм для материала с размерами кусков более 100 мм и в связи с принимаемым методом отбора проб совком, молотком и зубилом.

7.1.4. Минимальная масса точечной пробы при отборе вручную не должна быть менее той, которая рекомендуется имеющимися НД на методы отбора проб для материала, являющегося исходным для образования данных отходов.

7.1.5. Минимальная масса точечной пробы, отбираемой из движущегося потока механизированным способом, рассчитывается с учетом производительности опробуемого потока материала, ширины щели и скорости движения пробоотсекающего устройства по формулам, приведенным в ГОСТ 15054.

7.1.6. Расхождение по массе отдельных точечных проб не должно быть более 20%.

7.1.7. При невозможности отобрать точечные пробы одинаковой массы объединенную пробу составляют из одинаковых по массе порций материала, взятых от каждой точечной пробы.

7.2. Число точечных проб

7.2.1. Минимальное число точечных проб (n) для каждого однородного участка места хранения отходов рассчитывают по формуле:

$$n = \frac{4 \cdot V^2}{\Delta^2}$$

где V – относительное среднее квадратическое отклонение (коэффициент вариации) наиболее изменчивого компонента в данных отходах. Коэффициент вариации определяется экспериментально по точечным пробам или рассчитывается по результатам опробования, ранее проводимого природопользователем;

Δ – относительная погрешность отбора проб при доверительной вероятности P=0,95. Заданная погрешность отбора проб означает, что в среднем в 95% случаях значение компонента в объединенной пробе не будет отличаться от его значения в контролируемом участке хранения отходов более чем на Δ процентов.

7.2.2. Минимальное число точечных проб может определяться по соответствующему государственному стандарту на метод отбора и подготовки проб основных или близких по составу исходных материалов, являющихся источником образования данных отходов. Например, для отходов производства цветных металлов ГОСТ 14180, железорудного производства ГОСТ 15054, огнеупоров ГОСТ26565, глинозема ГОСТ 27798, почв ГОСТ 17.4.3.01.

8. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

8.1. Ручной метод

8.1.1. Отбор точечных проб проводят по равномерной сетке, размер которой рассчитывают с учетом необходимого числа точечных проб, определенных по п.п. 7.2.1 или 7.2.2, или выбирают в соответствии с НД, действующими на предприятии-образователе отходов.

Материал точечной пробы ссыпают в тару с крышкой или рудный мешок.

8.1.2. Точечные пробы характеризуют соответствующий уровень (горизонт, слой) или полное сечение объекта размещения отходов.

8.1.3. Вскрытие отходов на полное сечение может проводиться горными выработками (шурфы, канавы) или скважинами. Точечная проба, характери-

зующая сечение на всю глубину, отбирается в результате проходки вертикальной борозды по одной из стенок выработки или путем сокращения извлекаемого при проходке горной выработки материала. Для подтверждения представительности точечных проб допускается проведение выборочного отбора точечных проб по противоположным стенкам горных выработок.

8.1.4. Точечные пробы, характеризующие определенный уровень (поверхность, слой 0-0,5 м, 0-1м и т.п.) опробуемого участка, но не более 2 м мощности, отбирают из мелких шурфов, канав, закопушек и лунок, пройденных на глубину не менее чем характеризуемый уровень. Отбор проб материала с крупностью менее 20 мм допускается производить щупом.

Примечание. Для предварительной оценки новообразованных отходов (отвалов) отбор точечных проб может проводиться с поверхности с площадок, привязанных к узлам пересечения принятой равномерной сетки. В пределах площадки отбор точечной пробы проводят «горстевым» способом по квадратной сетке с размером ячейки сетки не менее 25-30 см. При этом число «горстевых» проб рассчитывают, исходя из массы точечной пробы и возможной массы «горстевой» пробы.

8.1.4.1. Точечную пробу отхода с материалом крупностью менее 100 мм отбирают по стенкам или с проходкой борозды, или совком по прямой линии снизу вверх, или "точечным" способом по квадратной сети опробуемой поверхности. Материал отходов не должен выбираться со дна выработки и не должен теряться в процессе отбора пробы.

8.1.4.2. Точечную пробу от материала крупностью более 100 мм отбирают с помощью совка, молотка и зубила. Совком отбирают материал крупностью менее 100 мм по п. 8.1.4.1. Молотком и зубилом отбивают от крупных кусков представительные кусочки размером менее 100 мм. От явно неоднородных крупных кусков отбивают куски менее 100 мм в большем количестве, чем от однородных. Общая масса отбитых кусков в точечной пробе должна быть пропорциональна массе крупного класса в опробуемом материале.

8.1.5. Отбор проб от сыпучих отходов крупностью менее 20 мм из транспортных емкостей (вагон, кузов автомобиля, контейнер и др.) допускается производить щупом, погружая его на всю глубину пробоотборной части. При этом масса материала, захватываемого щупом за один раз, должна быть не менее массы точечной пробы.

8 2. Механизированный метод

8.2.1. Механизированный отбор проб производят в процессе загрузки (разгрузки) транспортных емкостей, а также при транспортировке устройствами непрерывного действия.

8.2.2 Механизированный отбор проб производят механическими пробоотборниками. Требуемое число точечных проб отбирают через равные промежутки времени или после прохождения определенной массы материала. Точечная проба должна характеризовать одно полное пересечение потока материала, при этом вся отсекаемая масса потока должна помещаться в емкости пробоотсекающего устройства и не должно происходить отбрасывания отдельных кусков за пределы емкости пробоотборника.

8 3. Точечные пробы нумеруются и регистрируются в журнале с указанием объекта, номера пробы, участка и места (горизонта, слоя) взятия пробы и дату отбора

Точечные пробы должны иметь этикетку с указанием номера пробы, объекта, участка и места (горизонта, слоя) взятия пробы и дату отбора.

9. ПОДГОТОВКА ЛАБОРАТОРНОЙ ПРОБЫ

9.1. Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу или сразу после отбора проб, или после индивидуальной их подготовки до определенного этапа сокращения (квартования), а затем объединяют в нужных пропорциях.

9.1 1.Точечные пробы не измельчаются, если они должны использоваться для определения гранулометрического состава и насыпной плотности.

9.1.2. Если объект для размещения отходов состоит из нескольких однородных участков, то по каждому из них составляется объединенная проба участка. Объединенная проба всего объекта при необходимости составляется из частей объединенных проб участков, масса которых пропорциональна площадям соответствующих им однородных участков.

9 2. Объединенная проба должна состоять из точечных проб, представляющих полное сечение или соответствующий уровень опробуемого участка.

Масса объединенной пробы обычно составляет не менее 10 кг.

9.3. Подготовку лабораторной пробы осуществляют путем последовательных операций дробления, измельчения (истирания), перемешивания и сокращения материала пробы по схеме, изображенной на рис. 1.

Измельчаются все без исключения куски пробы, недопустимо отбрасывать трудно измельчаемые куски.

Дробление проб до крупности 10 мм осуществляют на щековых дробилках, до -2 мм на валковых. Измельчение до крупности 0,071 мм, если это необходимо по МВИ, проводят с использованием истирателей различных типов (дисковых, вибрационных) или мельниц (шаровых, стержневых), а также в лабораторных ступках.

9.3.1. Исходный материал объединенной пробы, который не используется для определения влажности, ртути или других летучих веществ и соединений, может высушиваться в сушильном шкафу при температуре не более 105 ± 5^{0} С. Для определения летучих веществ и соединений подготовку проб производят в соответствии с требованиями МВИ.

9.3.2. Для определения содержания влаги из объединенной пробы, раздробленной до 10 мм, отбирают пробу массой не менее 1 кг. Из этой пробы отбирают необходимое число навесок, требуемой по МВИ массы.

9.3.2.1. Отобранную пробу помещают в плотно закрытый сосуд, направляют в лабораторию для определения влаги или хранят до анализа не более 8 часов в неотапливаемом помещении.

9.3.2.2. Если процесс дробления и сокращения затруднены из-за липкости и повышенной влажности материала, объединенную пробу предварительно подсушивают до такого состояния, когда дальнейшая пробоподготовка будет выполняться без затруднений. При этом производят определение содержания влаги в материале при предварительном просушивании.

9.4. Внутренняя часть дробилки (мельницы) должна быть очищена, чтобы избежать загрязнения материала обрабатываемой пробы. Для чего через агрегат пропускают материал, попадание которого в пробу не приведет к загрязнению нежелательными компонентами.

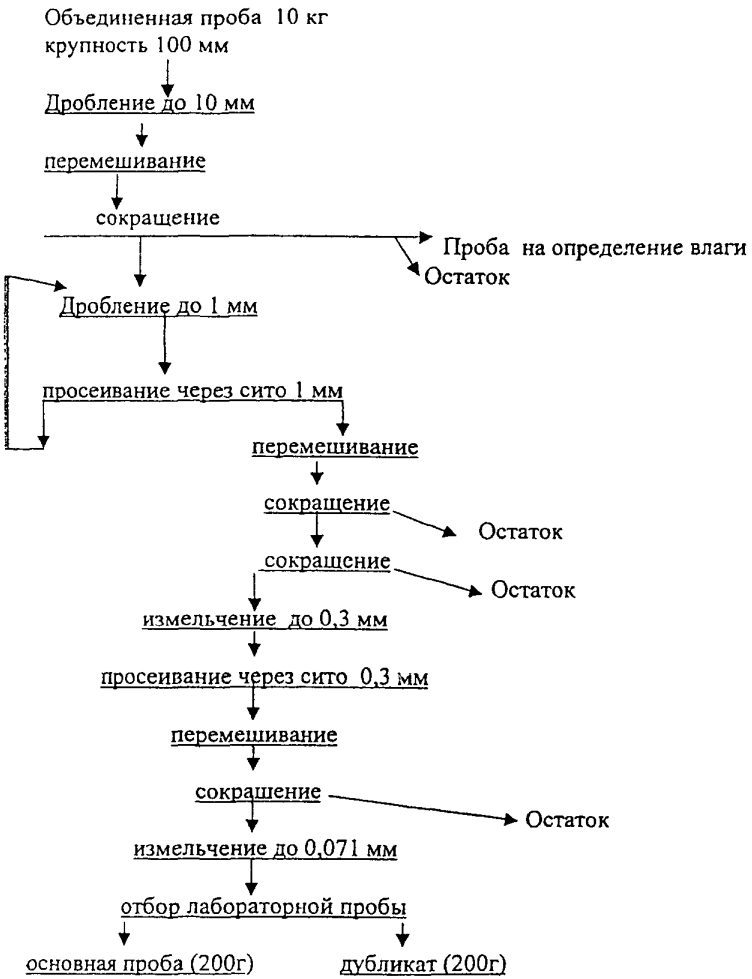

Рис. 1. Примерная схема подготовки лабораторной пробы

9.5. После каждой операции дробления (измельчения) пробы желательно проводить контрольное просеивание и дополнительное измельчение пробы до полного прохождения всей ее массы через сито.

9.6. В процессе дробления (истирания) не должно быть потерь материала пробы.

9.7. Число стадий сокращения зависит от размера максимального куска в объединенной пробе и может быть уменьшено за счет применения дробильно-измельчительного оборудования с более высокой степенью дробления (измельчения).

9.8. Допустимую минимальную массу (m) пробы (в кг), полученную после сокращения, вычисляют по формуле:

$$m = K \cdot d^2_{max},$$

где K - коэффициент, зависящий от характера отходов: степени равномерности распределения той фазы или фаз (минералов), в которую входит определяемый компонент, ее крупностью и содержанием компонента в отходах. Коэффициент К отражает влияние изменчивости содержания компонента в отходах (однородности отходов) на массу пробы – чем больше изменчивость, тем больше коэффициент. Для равномерных отходов К=0,02, для неравномерных - К=0,1, для весьма неравномерных - К=0,2-0,5.(Альбов М.Н.. Опробование месторождений полезных ископаемых,. Изд.5, перераб. и доп. М., «Недра», с. 18-23),

d - размер максимальных частиц в сокращенной пробе, мм.

9.9. Перед каждой операцией сокращения пробу тщательно перемешивают (для достижения однородности материала) с помощью механического смесителя или вручную - методами перелопачивания, "кольца и конуса" или перекатывания.

9.10. Сокращение пробы в зависимости от исходной массы объединенной пробы и размера частиц (кусков) проводят строго по выбранной схеме сокращения.

Для сокращения объединенной пробы применяют вместе или раздельно метод квартования с предварительным сбрасыванием на конус (конусование и квартование), сокращение делителями и квадратованием.

9.10.1 Сокращение методами конусования и квартования следует применять на всех стадиях пробоподготовки. Последнему конусу придают форму плоского диска равной толщины, который крестовиной разбивают на четыре равные сектора. Материалы двух противоположных секторов соединяют; одну из соединенных проб удаляют, другую используют для дальнейшей пробоподготовки

9.10.2. Сокращение делителями следует применять для материала крупностью менее 25 мм. Одну из полученных частей пробы удаляют, другую используют при дальнейшей пробоподготовке. Сокращение проб на механических делителях (сократителях) допускается производить без предварительного перемешивания.

9.10.3 Сокращение методом квадратования следует применять для материала крупностью менее 10 мм. Материал на гладкой поверхности распределяют в виде прямоугольника равномерной толщины. Прямоугольник делят на равные части, из каждой части отбирают сокращенную пробу.

9.11. Объединенную пробу истирают до крупности, требуемой соответствующими МВИ. После чего на последней стадии сокращения лабораторную пробу делят на две равные части, одна из которых предназначена для лабораторных испытаний, другая хранится в качестве дубликата.

9.12. Объединенной пробе присваивают номер и регистрируют в журнале с указанием объекта, номера пробы, участка и места (горизонта, слоя) взятия пробы, номеров точечных проб, на основании которых она составлена, и дату составления.

Лабораторная проба должна иметь этикетку с указанием номера объединенной пробы, объекта, участка и места (горизонта, слоя) взятия пробы, наименования материала, назначения пробы и дату составления.

10. ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ, УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

Точечные пробы отбираются в мешки из плотной ткани, емкости с крышками или ящики, маркируют в соответствии с п. 8.3 и перевозятся на транспорте с соблюдением мер предосторожности, исключающими нарушение

целостности упаковки. Точечные и объединенные пробы хранятся в неотапливаемых помещениях, исключающих воздействие атмосферных осадков.

Лабораторную пробу, подготовленную в соответствии с разделом 9, помещают в сосуд из темного стекла или упаковывают в пакет из бумаги «крафт», снабжают этикеткой в соответствии с п.9.12.

11. ОХРАНА ЗДОРОВЬЯ И ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПРИ ОТБОРЕ И ПОДГОТОВКЕ ПРОБ

11.1. При отборе и подготовке проб опасными и вредными производственными факторами в соответствии с классификацией, устанавливаемой ГОСТ 12.0.003, могут быть выделены следующие:

повышенная запыленность и загазованность воздуха рабочей зоны и действие токсичных и канцерогенных веществ при проникновении в организм человека через органы дыхания;

движущиеся механизмы, подвижные части производственного оборудования, передвигающиеся опробуемые материалы;

повышенный уровень шума на рабочем месте;

недостаток освещенности рабочего места.

11.2. В зависимости от состава отходов и концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005 устанавливают предельно допустимые концентрации веществ в воздухе рабочей зоны и требования к контролю качества измерений концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

11.3. Производственные помещения, в которых производится подготовка проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

11.4. Электрическое оборудование, применяемое при отборе и подготовке проб, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019.

11.5. Уровни звукового давления на рабочих местах при отборе и подготовке проб должны соответствовать ГОСТ 12.1.003 и контролироваться по ГОСТ 12.1.050.

11.6. Порядок, виды обучения и проверку знаний по безопасности труда следует проводить по ГОСТ 12.0.004.

При проведении отбора проб должны соблюдаться меры, исключающие загрязнение окружающей среды от применения бурового оборудования. При подготовке проб должны соблюдаться меры, исключающие запыление помещений, и правила захоронения (складирования) материала пробы, полученного в результате сокращения объединенной пробы.

При проведении работ по отбору и подготовке проб должны соблюдаться меры техники безопасности, предусмотренные требованиями проведения горных и буровых работ, а также при работе на дробильном и измельчительном оборудовании.

* - Отходы **минерального происхождения** – остатки минерального сырья и продукты его технологического передела, которые образовались в процессе производства или потребления твердого горючего и негорючего минерального сырья на различных предприятиях (горнодобывающих, металлургических, стройматериалов, энергетических и т.п.), а также товары (продукция), произведенные на основе минерального сырья и утратившие свои потребительские свойства.

gost.e-ecolog.ru