

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФГУ «Центр экологического  
контроля и анализа»**



*Г.М. Цветков*  
**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**

**(ФР.1.31.2005.01763)**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**



**МОСКВА 2002г.**

**(издание 2005 г.)**



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.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

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 выполнения измерений аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»), Свидетельство об аттестации № 26-05 от 25 мая 2005 года, регистрационный код МВИ по Федеральному реестру ФР.1.31.2005.01763.

Разработчик:

НТФ «Хромос»

Адрес: 115088, г. Москва, ул. Угрешская, 2.

Телефон/факс: (499) 126 -42- 52.

моб. 8-925-411-22-73, 8-902-363-92-72, 8-906-086-21-49.

E-mail: d1264252@yandex.ru

Учётный экземпляр №

Приннадлежит



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 содержания сухого и прокаленного остатка в твердых и жидких отходах производства и потребления, осадках, шламах активном или 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<sup>3</sup> до 50000 мг/дм<sup>3</sup> (или от 5,0 мг/кг до 50000 мг/кг в пересчете на сухое вещество) при массовой доле влаги в анализируемых пробах от 60 % до 99 %.

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

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

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

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

На точность проводимых измерений может оказывать влияние неоднородность отобранной пробы. Для устранения этого фактора необходимо строго соблюдать требования п.8.

## 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**

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

### **3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

#### **3.1 Средства измерений**

3.1.1 Весы лабораторные общего назначения модели ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001;

3.1.2 Весы технические типа ВЛТК-500 с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-2001;

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

3.1.4 Гири Г-2-210 по ГОСТ 7328-2001;

3.1.5 Пипетки с одной отметкой вместимостью (1, 2, 5, 10, 20, 50, 100) см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169-91;

3.1.6 Цилиндр мерный 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74.

#### **3.2 Вспомогательные устройства и оборудование**

3.2.1 Печь муфельная лабораторная с терморегулятором типа СНОЛ. Температура нагрева до 873К (600°C) по ТУ 16-531651;

3.2.2 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром, типа ШСС или СНОЛ. Температура нагрева до 473К (200°C), ТУ 64-1-909-80;

3.2.3 Баня водяная лабораторная;

3.2.4 Бюксы для взвешивания вместимостью (25 - 50) см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

3.2.5 Ведро эмалированное;

3.2.6 Воронки стеклянные диаметром (13 - 15) см по ГОСТ 25336-82;

3.2.7 Встряхиватель лабораторный, произвольной конструкции;

3.2.8 Ложка фарфоровая по ГОСТ 9147-80;

3.2.9 Насос водоструйный вакуумный по ГОСТ 25336-82;

3.2.10 Слянка для отбора и хранения проб вместимостью (500 - 2000) см<sup>3</sup>;

3.2.11 стакан химический ТС вместимостью 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

3.2.12 Фильтр обеззоленный «белая лента» по ТУ6-09-1678-86;

3.2.13 Чашка фарфоровая выпарительная вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 9147-80;

3.2.14 Экдикатор по ГОСТ 25336-82.

#### **3.3 Реактивы и материалы**

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

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

3.3.3 Кальций хлористый гранулированный, марки "х.ч" по ГОСТ 450-77;

3.3.4 Натрий углекислый кислый, марки "ч" по ГОСТ 4201-79;

3.3.5 Кислота серная, марки "х.ч" по ГОСТ 4204-77 ;

3.3.6 Кислота соляная, марки "х.ч" по ГОСТ 3118-77;

3.3.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

3.3.8 Вазелин по ГОСТ 3582-84;

3.3.9 Парафин технический.

**Примечание** - Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, технические и метрологические характеристики которых не хуже указанных выше и обеспечивают требуемую точность измерений.

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  $t = (105 \pm 2)^\circ\text{C}$  в течение  $(3 \pm 0,1)$  часов и доведенной до постоянной массы.

Метод измерения содержания прокаленного остатка основан на взвешивании остатка, получаемого при прокаливании пробы сухого остатка при  $t = (600 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение  $(30 \pm 1)$  минут и доведенного до постоянной массы.

#### **5 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ**

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

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ 12.1.019-79.

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

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.009-90.

#### **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 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.)	(84 – 106); (730 – 780);
Температура воздуха, °С	(20 ± 5);
Относительная влажность воздуха, %	не более 80 ;
Напряжение питания электросети, В	(220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub> );
Частота переменного тока, Гц	(50 ± 1).

## 8 ОТБОР ПРОБ

**8.1** Отбор проб производится 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 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа их загрязнения», а также в соответствии с методическими рекомендациями ПНД Ф 12.1:2.2:2.3.2-03 «Отбор проб отходов промышленного производства и потребления, почв, грунтов, осадков биологических очистных сооружений, шламов промышленных сточных вод, донных отложений искусственно созданных водоемов, прудов - накопителей и гидротехнических сооружений» (ОАО «Каустик», НТФ «Хромос», 1999г.).

**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, объемом не менее  $500 \text{ см}^3$  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  $500 \text{ см}^3$ . Отбирать в стеклянные ёмкости, обработанные согласно п.9.2.

**8.7** Отобранные пробы хранят в стеклянных сосудах с плотно закрывающейся крышкой не более 3 суток при температуре  $(4 - 8)^\circ\text{C}$ .

**8.8** Перед проведением измерений температуру пробы необходимо привести к температуре окружающей среды (п.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 кислотным.

#### **9.2.2 Приготовление «хромовой смеси»**

17,0 г калия двуххромовокислого (результат взвешивания записывают с точностью до одного десятичного знака) растворяют в  $500 \text{ см}^3$  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  $500 \text{ см}^3$ , предварительно заполненный  $200 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, вносят  $2,0 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты (осторожно!), хорошо перемешивают. Затем добавляют цилиндром  $298 \text{ см}^3$  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 п.9.2 и понумеровывают.

**9.4.2** Помещают в сушильный шкаф, нагретый до  $t=(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$  на  $(5 \pm 0,2)$  часов для сушки и прокаливания.

**9.4.3** Высушенные и прокаленные фарфоровые чашки (бюксы) помещают в эксикатор для охлаждения на  $(30\pm 2)$  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  $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$  на  $(30 \pm 2)$  мин.

**9.4.6** Повторяют операции по пп.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 п.9.2 и понумеровывают.

**9.5.2** Помещают в сушильный шкаф, нагретый до  $t=(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$  на  $(5 \pm 0,2)$  часов для сушки и прокаливания.

**9.5.3** Высушенные и прокаленные фарфоровые чашки помещают в эксикатор для охлаждения на  $(30\pm 2)$  мин.

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

**9.5.5** Повторно помещают фарфоровые чашки в сушильный шкаф с температурой  $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$  на  $(30 \pm 2)$  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 0,0002 г.

**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  $t = (600 \pm 5)^{\circ}\text{C}$  в течение  $(30 \pm 2)$  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<sup>3</sup> и прокаливают в муфельной печи при  $t = (600 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение  $(2 \pm 0,2)$  часов. Охлаждают.

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

**9.6.3** Заполняют нижний отдел эксикатора кальцием хлористым, подготовленным по п.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** Помешают навеску в бюкс с шлифованной крышкой (при анализе проб с влажностью от 60 % до 90 %), подготовленный по п.9.4, или в фарфоровую чашку (при анализе проб с влажностью свыше 90 %), подготовленную по п.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  $t = (105 \pm 2)^\circ\text{C}$  и выдерживают при вышеуказанной температуре в течение  $(5 \pm 0,2)$  часов.

**9.7.7** Помешают в эксикатор на  $(30 \pm 2)$  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  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  на  $(30 \pm 2)$  мин.

**9.7.10** Повторяют операции по пп.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 (1)

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

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  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ , (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  $500 \text{ см}^3$  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

Предполагаемое содержание сухого остатка в пробе, $\text{мг/дм}^3$ (мг/кг)	Содержание солей в анализируемой пробе (по хлоридам), $\text{мг/дм}^3$ (мг/кг)	Рекомендуемый объем пробы (фильтрата) для проведения анализа, $\text{см}^3$
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 п.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 п.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  $t=(105\pm 2)$  °С.

**10.1.1.8** Выдерживают в сушильном шкафу при вышеуказанной температуре  $(5\pm 0,2)$  часов.

**10.1.1.9** Высушенные фарфоровые чашки с сухим остатком помещают в эксикатор, подготовленный по п.9.6, на  $(30\pm 2)$  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  $(105\pm 2)$  °С на  $(30\pm 2)$  минут.

**10.1.1.12** Повторяют операции по п.п.(10.1.1.9 – 10.1.1.11), доводя чашку с остатком до постоянной массы, пока разница между двумя повторными взвешиваниями будет не более 0,0002 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 п.п.(10.1.1.1 – 10.1.1.13), помещают на  $(30\pm 1)$  мин в муфельную печь, нагретую до температуры  $t=(600\pm 5)$ °С.

**10.1.2.2** Прокаленную фарфоровую чашку переносят в эксикатор и охлаждают в течение  $(60\pm 5)$  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<sup>3</sup> 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<sub>H<sub>2</sub>O</sub>, см<sup>3</sup>, точно измеряют и записывают.

10.2.1.3 Колбу с подготовленной по п.п.(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 п.п.(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 п.п. (10.2.1.1 – 10.2.1.4) помешают на (30 ± 1) мин в муфельную печь, нагретую до температуры t = (600 ± 5)°С. и далее проводят измерения как указано в п.п. (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, в мг/дм<sup>3</sup>, производят по формуле (2)

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

где m<sub>1</sub> - масса выпарительной чашки с сухим остатком, г;

m<sub>2</sub> - масса пустой выпарительной чашки, г;

V<sub>пробы</sub> - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

11.1.2 Вычисление массовой концентрации сухого остатка, X, мг/кг, производят по формуле (3)

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot V_{\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{пробы}} \cdot m_1 \cdot (1 - W)} \quad (3)$$

где  $m_1$  - масса выпарительной чашки (бюкса) с сухим остатком, г;  
 $m_2$  - масса пустой выпарительной чашки (бюкса), г;  
 $V_{\text{пробы}}$  - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{H}_2\text{O}}$  - объем дистиллированной воды, взятый для доведения  
влажности пробы до  $\geq 90\%$  по п.10.2.1.2, см<sup>3</sup>;

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

## 11.2 Вычисление содержания прокаленного остатка

**11.2.1 Вычисление массовой концентрации прокаленного остатка,**  
 $X$ , в мг/дм<sup>3</sup>, производят по формуле (4)

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

где  $m_3$  - масса выпарительной чашки с прокаленным остатком, г;  
 $m_2$  - масса пустой выпарительной чашки, г;  
 $V_{\text{пробы}}$  - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

**11.2.2 Вычисление массовой концентрации прокаленного остатка,**  
 $X$ , мг/кг, производят по формуле (5)

$$X = \frac{(m_3 - m_2) \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot V_{\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{пробы}} \cdot m_3 \cdot (1 - W)} \quad (5)$$

где  $m_3$  - масса выпарительной чашки (бюкса) с прокаленным остатком, г;  
 $m_2$  - масса пустой выпарительной чашки (бюкса), г;  
 $V_{\text{пробы}}$  - объем фильтрата пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{H}_2\text{O}}$  - объем дистиллированной воды, добавленный для доведения  
влажности пробы до  $\geq 90\%$  по п.10.2.1.2, см<sup>3</sup>.

$m_3(1-W)$  - 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  $\delta$  – границы относительной погрешности измерений, % (таблица1).

В случае если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале:

«содержание остатка менее 5,0 мг/дм<sup>3</sup> (мг/кг) (более 50000 мг/дм<sup>3</sup> (мг/кг))».

## **12 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, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют используемое оборудование и работу оператора.