



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

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.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.

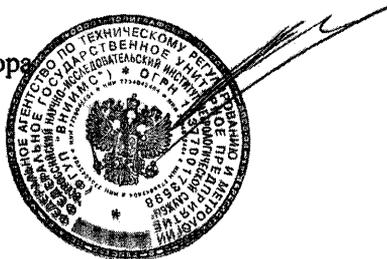
Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

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

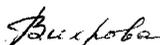
Контролируемая среда	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости, г, %, $P = 0,95$, $n = 2$
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

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

УТВЕРЖДАЮ

**Директор ФГУ «Федеральный
центр анализа и оценки
технологического воздействия»**



К.А. Сапрыкин К.А. Сапрыкин

16 декабря 2008 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИИ
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
(ФР.1.31.2009.05394)**

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**



**МОСКВА
2008 г.**

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-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»), Свидетельство об аттестации № 119-08 от 22 декабря 2008 года, регистрационный код МВИ по Федеральному реестру ФР.1.31.2009.05394.

Разработчик:

НТФ «Хромос»

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

Телефон/факс: (499) 126 -42- 52.

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

E-mail: dl264252@yandex.ru

Учетный 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 сооружениях, 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

Контролируемая среда	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % 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 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

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

3.1.2 Гири Г-2-210 по ГОСТ 7328-2001.

3.1.3 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром ШСС или СНОЛ. Температура нагрева до 200°C по ТУ 64-1-909-80.

3.1.4 Эксикатор по ГОСТ 25336-87.

3.1.5 Чашка выпарительная, объем 100 см³ по ГОСТ 9147-80.

3.1.6 Баня водяная лабораторная.

3.1.7 СклЯнка для отбора проб, вместимостью не менее 500 см³.

3.2 Реактивы и материалы

3.2.1 Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450-77.

3.2.2 Вазелин по ГОСТ 3582-84.

Примечание - Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных выше.

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на весовом определении количества удаленной влаги при $t = (105 \pm 2)^\circ\text{C}$ из проб, и при $t = (80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 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 ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

5.3 При выполнении измерений соблюдают требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 по предотвращению образования источников возгорания.

5.4 Помещения лаборатории должны иметь системы пожарной безопасности и быть оснащены средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.004-83;

5.5 Организация обучения работающих безопасности труда 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 или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ 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 см³ и прокаливают в муфельной печи при $t = (600 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение $(2 \pm 0,1)$ часов

8.1.3 Заполняют нижнюю часть эксикатора свежeproкаленным 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 $t = (105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение $(2 \pm 0,1)$ 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 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.).

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 см³. Сливают в ведро, тщательно перемешивают. Для анализа отбирают объединенную пробу в отдельные стеклянные сосуды вместимостью (0,5 – 2) дм³.

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 (1)

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

где m₁ - масса чашки с влажной пробой, г;

m₂ - 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 (2)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (2)$$

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 (3)

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

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 $n = 4$

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

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:

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

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

$\pm \delta$ - границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

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

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 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.