



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 № 23-05

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

**Методика выполнения измерений массовой доли золы
в твёрдых и жидких отходах производства и потребления,
осадках, шламах, активном иле, донных отложениях
гравиметрическим методом**

Методика выполнения измерений массовой доли золы 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

22 апреля 2005 года

Заместитель директора



В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли золы, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, масс. доля, %, при $P=0,95$	Показатель воспроизво- димости (среднеквадра- тическое отклонение воспроизводимости), σ_R , масс. доля, %
От 5 до 100 вкл.	2	1

Начальник сектора



О. Л. Рутенберг

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков

2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

**МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ В ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ ОТХОДАХ
ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ, ОСАДКАХ, ШЛАМАХ,
АКТИВНОМ ИЛЕ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПНД Ф 16.2.2:2.3:3.29-02
(ФР.1.31.2005.01760)**

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**



**МОСКВА 2002г.
(издание 2005 г.)**

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 № 23-05 от 22 апреля 2005 года, регистрационный код МВИ по Федеральному реестру ФР.1.31.2005.01760.

Разработчик:

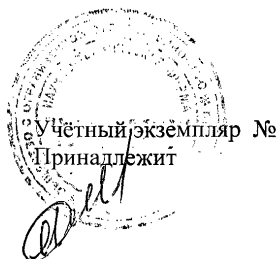
НТФ «Хромос»

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



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 золы (зольности) в твердых и жидких отходах производства и потребления, осадках, шламах, активном или очистных сооружениях, донных отложениях природных и искусственно созданных водоемов гравиметрическим методом в диапазоне от 5,0 % до 100,0 %.

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 массовой доли золы, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$, масс. доля, %, при $P=0,95$	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , масс. доля, %
От 5 до 100 вкл.	2	1

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, модели ВЛТК-500, с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-2001;

3.1.3 Гири Г-2-210 по ГОСТ 7328-2001;

3.2 Вспомогательные устройства, материалы и реактивы

3.2.1 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром и температурой нагрева до 200°C типа ШСС или СНОЛ по ТУ 64-1-909-80;

3.2.2 Печь муфельная лабораторная СНОЛ, температура нагрева до 873 К (600 °C) по ТУ 16-531651;

3.2.3 Эксикатор по ГОСТ 25336-82;

3.2.4 Тигель высокий - 3 по ГОСТ 9147-80;

3.2.5 Баня водяная лабораторная;

3.2.6 Слянка для отбора и хранения проб, вместимостью не менее 500 см³;

3.2.7 Насос водоструйный вакуумный, ГОСТ 25336-82;

3.2.8 Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-80;

3.2.9 Колба Бунзена, ГОСТ 25336-82;

3.2.10 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», ТУ 6-09-1178-86;

3.2.11 Кальций хлористый гранулированный, ГОСТ 450-77;

3.2.12 Вазелин, ГОСТ 3582-84;

3.2.13 Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

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

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на весовом определении количества минеральных примесей, оставшихся после прокаливания при $t = (600 \pm 5)^\circ\text{C}$ твердых отходов, осадков, шлама, активного ила, донных отложений биологических очистных сооружений.

Массовая доля золы (минеральной части остатка) определяется как отношение массы минеральных примесей после прокаливания осадка и доведения его до постоянной массы, к массе сухой пробы, взятой для анализа. При этом масса высушенной пробы должна находиться в пределах (10 – 2500) мг.

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 При выполнении измерений необходимо соблюдение требований ГОСТ 12.1.004-91 по предотвращению образования источников возгорания.

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

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 образование или 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	(84 – 106);
(мм рт.ст.)	(730 – 780);
Температура воздуха, °C	(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 тиглей для прокаливания остатков

Тигель проверяют на термостойкость прокаливанием в муфельной печи при $t = (600 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение (30 ± 1) минут. Охлаждают и сушат в сушильном шкафу при $t = (105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 2-х часов. Далее тигель переносят в эксикатор для охлаждения на (30 ± 1) минут, после чего взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем ставят на (30 ± 1) минут в сушильный шкаф. Охлаждение и взвешивание повторяют. Тигель считают доведенным до постоянной массы, если разница двух взвешиваний не превышает 0,0002 г.

8.2 Подготовка эксикатора

8.2.1 Эксикатор тщательно моют и высушивают.

8.2.2 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-х часов

8.2.3 Заполняют нижнюю часть эксикатора свежeproкаленным хлоридом кальция. Операцию прокаливания повторяют не реже 1 раза в месяц.

8.2.4 Пришлифованную поверхность крышки эксикатора смазывают тонким слоем вазелина.

9 ОТБОР ПРОБ

9.1 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.).

9.2 Твердые отходы, осадки с иловых и шламовых площадок отбирают методом точечных проб, послойно с глубины (0 - 5), (5 - 20) см и (20 см – не более 1 м), массой не менее 200 г каждая.

Точечные пробы отбирают на пробной площадке послойно с таким расчетом, чтобы каждая проба представляла собой часть осадка типичного для 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 не менее чем из пяти точечных проб, взятых с одной пробной площадки, путем их смешивания. Масса объединенной пробы должна быть не менее 1 кг.

9.3 Пробы жидких осадков 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;

- иловую жидкость отбирают зачерпыванием из распредаши.

Точечные пробы осадков отбирают с интервалом 10 минут в количестве трёх – четырёх объемов не менее 500 см³ каждый. Сливают в ведро, тщательно перемешивают. Для анализа отбирают объединенную пробу в отдельные стеклянные сосуды вместимостью (2 – 3) дм³.

9.4 Пробы для определения массовой доли золы допускается хранить в холодильнике при температуре не более (3 - 4)°С до 10 суток в стеклянных, герметично закрытых стеклянными притертыми пробками сосудах.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Жидкие пробы анализируемого осадка – объемом 20 см³, шлама – 20 см³, иловой жидкости (50 - 100) см³ - отфильтровывают через обеззоленный фильтр "белая лента" диаметром (9 – 15) см.

Масса золы применяемых обеззоленных фильтров должна быть не более 0,001 г, в этом случае вес фильтров при расчете результата измерения не учитывают. В случае применения фильтров с большим весом золы его учитывают при вычислении результата измерений (вес золы фильтра указан на упаковке).

Для ускорения фильтрации допускается применение водоструйного насоса. Фильтр с осадком предварительно высушивают воздушно-сухим путем, а затем помещают в предварительно подготовленный и доведенный до постоянной массы тигель и ставят в сушильный шкаф при $t = (100 \pm 5)^\circ\text{C}$ на $(5 \pm 0,1)$ часов. Тигель с обезвоженным сухим осадком охлаждают в эксикаторе в течение (30 ± 1) минут, затем взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и доводят до постоянной массы. Далее тигель с осадком помещают в муфельную печь и прокаливают при $t = (600 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение (30 ± 1) минут. Охлаждают в эксикаторе в течение $(1 \pm 0,1)$ часа и взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

10.2 Воздушно-сухой осадок или шлам не фильтруют, помещают на обеззоленный фильтр навеску $(2 - 5)$ г и далее ставят сушить и прокаливать по п.10.1.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Массовую долю золы (зольность) в осадках, шламе, иловой жидкости, X , %, вычисляют по формуле

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

где m_1 – масса остатка после прокаливания, г, (разность масс тигля с осадком после прокаливания и пустого тигля);

m_2 – масса остатка до прокаливания, г, (разность масс тигля с осадком до прокаливания и пустого тигля);

m_{ϕ} – масса золы фильтра (в случае применения необеззоленного фильтра).

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

$$X \pm \Delta, \text{ при } P=0,95$$

где Δ – границы абсолютной погрешности измерений, массовая доля, % (таблица 1).

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая доля золы в осадках менее 5 %».

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 проверяют применяемое оборудование и работу оператора.