



**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 № 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) $\pm\Delta$, масс. доля, %, при $P=0,95$	Показатель воспроизво- димости (среднеквадра- тическое 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

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков Г.М. Цветков

август 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

(ФР.1.31.2005.01757.)

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**



МОСКВА 2002 г.

(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 № 20-05 от 28 марта 2005 года, регистрационный код МВИ по Федеральному реестру ФР.1.31.2005.01757.

Разработчик:

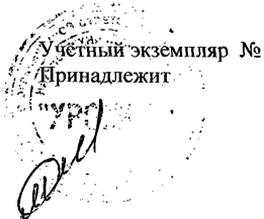
НТФ «Хромос»

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 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 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 влаги (влажности), %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, 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 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

3.1.1 Весы лабораторные технические с наибольшим пределом взвешивания 500 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.

3.2 Вспомогательные устройства и оборудование

3.2.1 Эксикатор по ГОСТ 25336-83;

- 3.2.2 Чашка выпарительная, объем 100 см³ по ГОСТ 9147-80;
- 3.2.3 Баня водяная лабораторная;
- 3.2.4 Склянка для отбора проб, вместимостью не менее 500 см³;

3.3 Реактивы и материалы

- 3.3.1 Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450-77;
- 3.3.2 Вазелин по ГОСТ 3582-84.

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

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, при измерениях влажности загипсованных почв – температура высушивания $t = (80 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Массовая доля влаги определяется 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 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 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 разница двух последующих взвешиваний не превышает 0,02 г.

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 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 $t = (105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 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 (1)

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

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 измерения массовой доли влаги (влажности), %, записывают 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 Δ – 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 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 действительных или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу используемого оборудования и оператора.