МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И СВОЙСТВ ПРОБ ВОД

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К РАЗРАБОТКЕ

Издание официальное

БЗ 3—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.3:543:06:006.354 Группа Т80

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И СВОЙСТВ ПРОБ ВОД

Общие требования к разработке

ГОСТ 8.556—91

State system for ensuring the uniformity of measurements. Methods for determination of waters samples composition and properties. General requirements for development

ОКСТУ 0008

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт устанавливает требования к разработке методик определения состава и свойств проб природных, питьевых и сточных вод.

Стандарт не устанавливает требований к методикам определения состава и свойств проб технологических и оборотных вод.

Стандарт разработан в развитие ГОСТ 8.010*.

Все правила и требования настоящего стандарта обязательны к применению.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. К методикам определения состава и свойств вод (далее — методикам) относят методики количественного химического анализа проб вод и методики измерений характеристик свойств проб вод.

1.2. Методики, требования к разработке которых (или аттестации разработанных ранее) установлены настоящим стандартом, предназначены для применения органами государственного контроля за загрязнением и состоянием природной среды, органами государственного санитарного надзора за качеством питьевых вод (далее — органами государственного санитарного надзора), органами государственной службы наблюдения за уровнем загрязнения природной среды, а также отраслями, отдельными или группами предприятий для оценки загрязнения вод.

1.3. Методики, применяемые в целях государственного контроля за загрязнением и состоянием природной среды и государственного санитарного надзора, регламентируют государственными стандартами и другими нормативно-техническими документами (далее — НТД) Минприроды СССР или Минздрава СССР.

Методики, применяемые органами государственной службы наблюдения за уровнем загрязнения природной среды и отраслями для оценки загрязнения вод (отраслевые методики), регламентируют отраслевыми стандартами и НТД.

Методики, применяемые для оценки загрязнения вод на предприятии, в объединении, концерне, ассоциации, консорциуме и т.п. (методики предприятия, объединения, концерна, ассоциации, консорциума и т. п. — далее методики предприятия), регламентируют стандартами и другими НТД предприятия.

1.4. Результаты, полученные по методикам, применяемым органами государственного контроля за загрязнением и состоянием природной среды и государственного санитарного надзора, являются приоритетными для принятия природоохранных и здравоохранительных решений, предъявления исков, взыскания штрафов и т.п.

1.5. Термины, применяемые в настоящем стандарте, и их пояснения, приведены в приложении 1.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2001

2. РАЗРАБОТКА МЕТОДИК

2.1. Методики разрабатывают технические комитеты по стандартизации или организации и предприятия, компетентные в области контроля состава и свойств вод в соответствии со своей специализацией под руководством:

базовой организации метрологической службы (далее — БОМС) Минприроды СССР или БОМС Минздрава СССР (в части питьевых вод) — для государственных стандартов и других НТД Минприроды СССР или Минздрава СССР;

БОМС, за которыми закреплены вопросы охраны природы, или уполномоченных ими организаций — для отраслевых методик и методик предприятий.

Примечания:

1. Если государственные стандарты на методики определения разработаны без участия БОМС Минприроды СССР или БОМС Минздрава СССР, то они подлежат экспертизе в этих БОМС.
2. При необходимости экспертизу государственных стандартов Минприроды СССР или Минздрава СССР на методики определения проводят метрологические институты Госстандарта СССР по специализации.
3. БОМС Минприроды СССР проводит выборочную экспертизу отраслевых методик и методик предприятий.

2.2. Разработку методик осуществляют с учетом требований ГОСТ 8.010.

2.3. При оформлении исходных требований на разработку методики нормы погрешности результатов определений устанавливают в виде характеристик, рекомендованных МИ 1317, с учетом требований ГОСТ 27384 и РД 50—674.

Характеристику объекта определения задают с указанием типа вод, требований к ограничению содержания мешающих компонентов вод и т.п.

2.4. Этапы разработки методик должны предусматривать:

выбор варианта решения на основе анализа и обобщения литературных данных (в первую очередь международных документов и государственных стандартов, унифицированных методов анализа и т. п.);

выбор технических средств (измерительных установок, средств измерений, устройств), используемых реактивов и материалов;

выбор или создание образцов (стандартных образцов, аттестованных смесей, веществ известного состава по РД 50—674) для градуировки средств измерений, аттестации методики и контроля погрешности результатов определений (при необходимости);

разработку алгоритма проведения определения, установление мешающих факторов и способов их устранения;

определение сигнала холостого опыта (при необходимости);

установление диапазона значений определяемого компонента и допускаемых значений содержания мешающих компонентов пробы (для методик, применяемых при контроле содержания компонентов на уровне предела допускаемой концентрации (ПДК), нижняя граница диапазона значений определяемого компонента $C_н$ должна удовлетворять условию

$$C_н + \Delta \leq \text{ПДК},$$

где Δ — полуширина интервала, в котором погрешность методики находится с принятой вероятностью P;

опробование на искусственных смесях (имитаторах вод) и реальных водах;

проведение исследований по установлению характеристик погрешности методик;

выбор алгоритма контроля погрешности результата определения при реализации методики (при необходимости) и установление нормативов контроля;

разработку проекта документа, регламентирующего методику;

метрологическую аттестацию методики, включая разработку программы экспериментального определения характеристик погрешности методики определения или ее составляющих, если их экспериментальное определение предусматривается на стадии метрологической аттестации;

утверждение документа, регламентирующего методику (при положительных результатах метрологической аттестации).

2.5. На метрологическую аттестацию представляют документы по ГОСТ 8.010:

исходные требования на разработку методики;

проект документа на методику;

программу, регламентирующую алгоритм проведенных исследований по установлению характеристик погрешности методики определения или ссылки на документ, ее регламентирующий, и полученные результаты исследований.

2.6. В зависимости от сложности методики, полноты и качества исходной информации, использованной при ее разработке, а также полученных в процессе исследования характеристик

погрешности методики определения в процессе метрологической аттестации проводят метрологическую экспертизу документов, перечисленных в п. 2.5, или дополняют ее проведением специальных исследований характеристик погрешности или ее составляющих.

2.7. В процессе метрологической экспертизы устанавливают:

соответствие представленного документа на методику требованиям ГОСТ 8.010;

правильность выбора метода и средств измерений (в т. ч. стандартных образцов и аттестованных смесей), реактивов, материалов;

правильность проведения исследований по установлению характеристик погрешности методики;

соответствие погрешности методики определения нормам погрешности (при их наличии);

обоснованность алгоритма контроля погрешности результатов определения при реализации методики.

2.8. Если на стадии метрологической аттестации методики по результатам метрологической экспертизы принимают решение о проведении специальных исследований, то характеристики погрешности методики определения и ее составляющих могут быть установлены на основе экспериментальных исследований, выполненных в соответствии с алгоритмом, регламентированным программой метрологической аттестации или на основе данных лабораторного архива.

2.8.1. В программе экспериментальных исследований должны быть указаны:

конкретные типы реальных вод, для которых предназначена методика, и число проб воды каждого типа, необходимых для проведения аттестации (не менее 5);

диапазон значений определяемого компонента, для которого должна быть проведена аттестация методики;

способ установления характеристик погрешности методики определения (с учетом ГОСТ 8.010);

средства метрологической аттестации (в зависимости от выбранного способа оценивания погрешности методики): стандартные образцы по ГОСТ 8.315, аттестованные смеси по МИ 858, вещества известного состава по РД 50—674, растворы реактивов, другая аттестованная методика;

алгоритм оценивания характеристик погрешности или ссылка на документ, регламентирующий алгоритм оценивания (с учетом выбранного способа оценивания погрешности методики определения);

проверка обоснованности назначения нормативов оперативного контроля характеристик погрешности результатов определений;

форма и порядок представления результатов экспериментальных исследований (способы выражения и формы представления характеристик погрешности методик определения должны соответствовать указанным в таблице).

2.8.2. Алгоритм оценивания характеристик погрешности методик определения, разрабатываемых в виде государственных стандартов, других НТД Минприроды СССР и Минздрава СССР и отраслевых методик должен предусматривать реализацию эксперимента в условиях межлабораторной воспроизводимости.

2.8.3. Установление характеристик погрешности методики определения или ее составляющих на основе данных лабораторного архива допустимо, если данные архива располагают информацией о результатах анализа не менее 30 проб вод, отвечающих требованиям аттестуемой методики и охватывающих диапазон значений определяемого компонента, а результаты анализа были получены двумя операторами на разных комплектах посуды, реагентов и средств измерений.

2.8.4. При метрологической аттестации методик определения обобщенных характеристик состава и свойств проб вод (редокс-свойств, мутности, цветности, электропроводности, Уф-поглощения, общего азота, общего органического углерода, общего фосфора и др.), а также растворенных газов допускается ограничиться оцениванием только случайной составляющей погрешности в условиях внутрилабораторной воспроизводимости.

2.9. Организация, осуществляющая проведение метрологической аттестации, по результатам аттестации оформляет заключение (при необходимости), к которому прилагается протокол, содержащий результаты экспериментальных исследований (при условии их проведения).

2.10. При положительном заключении оформляют свидетельство о метрологической аттестации методики (приложение 2).

2.11. Допускается проведение метрологической аттестации отраслевых методик и методик предприятий организациями Минприроды СССР, метрологическими институтами Госстандарта СССР.

2.12. Расширение области применения аттестованной методики (возможность использования методики для анализа других типов вод) предусматривает ее проверку путем статистического контроля полученных характеристик погрешности результатов определения на соответствие нормативам контроля, установленным с учетом требований к погрешности результатов определения состава и свойств проб вод, планируемых для анализа. Результаты контроля оформляют протоколом. При

положительных результатах оформляют оборотную сторону свидетельства о метрологической аттестации методики (приложение 3), содержащую сведения об уточненной области ее применения и результаты контроля.

Способы выражения и формы представления характеристик погрешности методик определения

ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ	
Форма 1	Форма 2
Первый способ выражения	
Наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения погрешности методики определения — $\sigma(\Delta)$	Границы интервала (нижняя — $\Delta_н$, верхняя — $\Delta_в$), в которых погрешность методики определения находится с принятой вероятностью P — ($\Delta_н$, $\Delta_в$), P
Второй способ выражения	
Наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности методики определения (показатель воспроизводимости) — $\sigma(\dot{\Delta})$ и наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения неисключенной систематической составляющей погрешности методики определения — $\sigma(\Delta)$	Наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности методики определения (показатель воспроизводимости) — $\sigma(\dot{\Delta})$ и границы (нижняя — $\Delta_{н.с}$, верхняя — $\Delta_{в.с}$) интервала, в которых неисключенная систематическая составляющая погрешности методики определения находится с принятой вероятностью P—($\Delta_{н.с}$, $\Delta_{в.с}$), P

Примечания:

1. При одинаковых числовых значениях (без учета знаков) нижних и верхних границ характеристик погрешности соответственно указываются перед характеристиками знаки «±». В противном случае границы указывают отдельно, каждую со своим знаком.
2. В таблице приведены обозначения для характеристик абсолютной погрешности. Для обозначения характеристик относительной погрешности знак $\sqrt{\Delta}$ заменяется на δ.
3. Рекомендуемое значение доверительной вероятности — 0,95.
4. Характеристики погрешности могут быть представлены в виде формул, таблиц, графиков.

2.13. Порядок утверждения и введения в действие государственных стандартов на методики определения регламентируют государственными стандартами государственной системы стандартизации, отраслевых методик или методик предприятий — требованиями, установленными в отрасли или на предприятии, в объединении, концерне, ассоциации, консорциуме и т.п.

Примечание. Если для целей государственного контроля за загрязнением и состоянием природной среды и государственного санитарного надзора предусматривается использование одной и той же методики, то документ, ее регламентирующий, утверждается совместно организациями Минприроды СССР и Минздрава СССР.

2.14. Построение, содержание и изложение документов, регламентирующих методики, должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.010 и государственных стандартов государственной системы стандартизации.

2.15. Реестры государственных стандартов и других НТД на аттестованные методики ведет БОМС Минприроды СССР в области охраны вод и БОМС Минздрава СССР в соответствии со специализацией.

Реестры аттестованных отраслевых методик и методик предприятий отраслевого подчинения ведут БОМС ведомств, за которыми закреплены вопросы охраны природы.

Реестры аттестованных методик предприятий внеотраслевого подчинения (объединений, концернов, ассоциаций, консорциумов и т.п.) ведут организации, за которыми в рамках данной организационной структуры закреплены вопросы охраны природы.

2.16. Информацию об аттестованных методиках и копии свидетельств об их метрологической аттестации направляют в Информационный центр Минприроды СССР не позднее чем через 1 мес после окончания отчетного года.

2.17. Необходимость пересмотра методики согласовывают с БОМС и организациями, ведущими соответствующие реестры методик.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В НАСТОЯЩЕМ СТАНДАРТЕ, И ПОЯСНЕНИЯ К НИМ

Термин	Пояснение
1. Проба воды	Представительная часть определенной водной массы, отбираемая непрерывно или периодически с целью исследования ее различных характеристик
2. Содержание компонента в пробе воды	Количественная характеристика измеряемой физической величины (массовой доли, массовой концентрации и т.д.), характеризующая состав пробы воды
3. Результат определения характеристик состава	Значение содержания компонента пробы воды или характеристики состава или свойств проб, найденное путем анализа или измерений
4. Внутрилабораторная воспроизводимость	Близость результатов определений в одной лаборатории в однородных пробах воды, когда отдельные определения проводятся при изменении следующих факторов: оператора; условий проведения определений; времени проведения определений
5. Межлабораторная воспроизводимость	Близость результатов определений в однородных пробах воды, когда отдельные определения проводятся при изменении следующих факторов: лаборатории, оператора, средств измерений того же типа, условий проведения определений, времени проведения определений
7. Нормативы контроля характеристик погрешности результата определений	Числовое значение, установленное для процедуры контроля и являющееся критерием для признания характеристик погрешности результата определения соответствующими либо не соответствующими установленным требованиям
8. Показатель воспроизводимости	Характеристики случайной составляющей погрешности (см. таблицу)

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ФОРМА СВИДЕТЕЛЬСТВА О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ

_____
наименование организации (предприятия), выдавшей свидетельство

СВИДЕТЕЛЬСТВО №...
О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА (ИЛИ СВОЙСТВА) ПРОБ ВОД

_____
Наименование методики

_____
Используемый метод, назначение

На основании результатов метрологической аттестации, проведенной _____, данная методика допускается к применению _____
дата
Наименование ранга лаборатории, предприятия, отрасли.

_____
Тип вод

Результаты метрологической аттестации методики:

1. Значения характеристик погрешности методики (приводят диапазон (поддиапазоны, отдельные точки диапазона) определения содержаний и соответствующие установленные значения характеристик погрешности методики).

2. Значения нормативов контроля характеристик погрешности результата определений в соответствии с принятой системой контроля (приводят значения нормативов).

Руководитель (главный метролог) организации (предприятия), проводившей метрологическую аттестацию

М.П.

_____ _____
подпись инициалы и фамилия

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

ОБОРОТНАЯ СТОРОНА СВИДЕТЕЛЬСТВА О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ

УТВЕРЖДАЮ:

Главный метролог метрологической службы организации, внедряющей методику

_____ _____
Подпись Инициалы и фамилия

М.П.

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель организации — разработчика методики

_____ _____
Подпись Инициалы и фамилия

М.П.

Приложение
к свидетельству №
...
о метрологической аттестации

_____
Наименование методики

По результатам проверки характеристик погрешности методики по данным статистического контроля

_____ методика
Контролируемые характеристики

_____ допускается к применению
Наименование методики

_____ и имеет характеристики погрешности, не превышающие приведенных
Уточненная область применения

в настоящем свидетельстве.

Руководитель подразделения, проводившего проверку характеристик погрешности методики

_____ _____
Подпись Инициалы и фамилия

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством природопользования и охраны окружающей среды (Минприроды)

РАЗРАБОТЧИКИ

В.Ф. Осыка, канд. техн. наук (руководитель темы); **М.С. Кравченко,** канд. хим. наук; **В.И. Панева,** канд. техн. наук; **А.Б. Бланк,** д-р хим. наук; **А.В. Черная,** канд. хим. наук; **Е.А. Калиниченко; А.А. Бугаевский,** канд. хим. наук; **С.А. Станишевский,** канд. техн. наук; **Ю.С. Бессонов,** канд. хим. наук; **О.Б. Пономарева; А.А. Назарова,** канд. хим. наук; **Т.О. Гончарова,** канд. хим. наук; **Л.В. Боева,** канд. хим. наук; **В.Ф. Геков,** канд. техн. наук; **И.А. Алексеев,** канд. техн. наук; **Ю.М. Дедков,** д-р хим. наук; **С.Г. Мелькановицкая,** канд. хим. наук; **Э.И. Голицина,** канд. хим. наук; **Н.П. Зиновьева,** канд. биол. наук; **А.В. Карташова,** канд. биол. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 02.07.91 № 1191

3. ВЗАМЕН РД 1.101.808.7—81, РД 52.24-127—87

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 8.010—90*	Вводная часть; 2.2; 2.5; 2.7; 2.8.1; 2.14
ГОСТ 8.315—97	2.8.1
ГОСТ 27384—87	2.3
РД 50-674—88	2.3; 2.4; 2.8.1
МИ 858—85	2.8.1
МИ 1317—86	2.3

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2001 г.

Редактор *Р.С.Федорова*
Технический редактор *Л.А.Кузнецова*
Корректор В.Е.Нестерова
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 25.09.2001. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,90.
Тираж 274 экз. С 2238. Зак. 944.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru