ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57741— 2017

Ресурсосбережение

ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ

Руководство по выбору и применению метода предварительного анализа отходов

(EN 16123:2013, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») совместно с Обществом с ограниченной ответственностью «Инновационный экологический фонд» (ООО «ИНЭКО»)

2 ВНЕСЕН Подкомитетом «Обращение с отходами» Технического комитета по стандартизации ТК 409 «Охрана окружающей природной среды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 октября 2017 г. № 1284-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта ЕН 16123:2013 «Характеристика отходов. Руководство по выбору и применению метода предварительного анализа» (EN 16123:2013 «Charakterisierung von Abfall — Anleitung für Auswahl und Anwendung von Screening-Verfahren», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Основные положения . . . 2
5 Предпосылки для применения метода предварительного анализа . . . 3
6 Выбор метода предварительного анализа . . . 4
7 Проверка пригодности метода к использованию . . . 5
8 Аналитические критерии приемки метода . . . 6
9 Меры по обеспечению качества применения метода . . . 7
10 Требования к документированию результатов анализа . . . 7
Приложение А (справочное) Процесс принятия решений . . . 8
Приложение Б (рекомендуемое) Пример документирования/контрольный список . . . 9
Приложение В (справочное) Статистический инструментарий оценивания результатов анализа проб . . . 12
Библиография . . . 14

Введение

Настоящий стандарт разработан на основе европейского стандарта ЕН 16123:2013 «Характеристика отходов. Руководство по выбору и применению метода предварительного анализа» (EN 16123:2013 «Charakterisierung von Abfall — Anleitung für Auswahl und Anwendung von Screening-Verfahren»), подготовленного Техническим комитетом CEN/TC 292 «Характеристика отходов», секретариат которого поддерживается Бюро по стандартизации NBN (Бельгия).

Настоящий стандарт представляет собой руководство по применению метода предварительного анализа проб для определения характеристик отходов. В соответствии с рекомендациями [2] и [3], устанавливающими критерии и процедуры приема отходов на полигонах, областью применения метода предварительного анализа является «Исследование (проверка) на месте (нахождения отхода)».

Метод предварительного анализа проб представляет интерес на этапе входного контроля отходов, т. к. позволяет вместе со стандартизованными методами проводить экспресс-проверку их документированных характеристик.

Стандартизация выбора и применения методов предварительного анализа проб необходима для того, чтобы эти методы стали нормативно обеспеченными и доступными. Наряду с обычными лабораторными методами, каждый из которых стандартизован, устанавливаются общие рамки для применения метода предварительного анализа проб, что обеспечивает надежность получения результатов, требуемых законодательством по обращению с отходами.

Для выполнения правовых предписаний важно документировать все этапы процесса принятия решения по выбору метода предварительного анализа проб отходов, оценить применимость способа испытаний, применение метода и оценки.

Объектом стандартизации является ресурсосбережение, предметом стандартизации — обращение с отходами, аспектом стандартизации — анализ характеристик отходов. Настоящий стандарт является неэквивалентным по отношению к европейскому стандарту [1]: введены ссылки на национальные стандарты Российской Федерации и уточнена структура стандарта.

Установление надлежащего порядка обеспечения техники безопасности и охраны труда при анализе отходов относится к сферам непосредственной ответственности пользователей настоящим стандартом.

Использовано шесть библиографических источников информации.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Ресурсосбережение

ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ

Руководство по выбору и применению метода предварительного анализа отходов

Resources saving. Waste treatment.
Guidance on selection and application of method of waste preliminary analysis

Дата введения — 2018—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает руководящие указания по выбору и применению метода предварительного анализа проб для определения характеристик отходов при их исследовании (проверке) в местах нахождения (пребывания).

Настоящий стандарт распространяется на материалы твердых и сыпучих отходов производства.

Настоящий стандарт не распространяется на отходы, собираемые в отраслях химической, атомной, оборонной промышленности.

Требования, установленные настоящим стандартом, предназначены для добровольного применения в нормативно-правовой, нормативной, технической и проектно-конструкторской документации, а также в научно-технической, учебной и справочной литературе применительно к процессам обращения с отходами на этапах их технологического цикла с вовлечением соответствующих материальных ресурсов в хозяйственную деятельность в качестве вторичного сырья, обеспечивая при этом сохранение и защиту окружающей среды, здоровья и жизни людей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 30772 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Термины и определения

ГОСТ Р 52104 Ресурсосбережение. Термины и определения

ГОСТ Р 53691 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Паспорт отхода I—IV класса опасности. Основные требования

ГОСТ Р 53692 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов

ГОСТ Р 53719 Ресурсосбережение. Упаковка. Термины и определения

ГОСТ Р 54098 Ресурсосбережение. Вторичные материальные ресурсы. Термины и определения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана

Издание официальное

датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52104, ГОСТ Р 53691, ГОСТ Р 53692, ГОСТ Р 53719, ГОСТ Р 54098, ГОСТ 30772, [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **эталонный метод:** Метод, установленный национальными или международными стандартами и, как правило, сопоставимый с методом предварительного анализа.

3.2 **контроль идентичности:** Третий этап контрольного испытания, устанавливающий критерии и процедуры приема отходов на полигонах в соответствии с [2] и [3] и проводимый для обеспечения гарантии того, что отходы, принимаемые на полигоны, и их основные характеристики соответствуют тем, которые описаны в сопроводительных документах, и/или проверкам на соответствие.

3.3 **предварительный анализ:** Проведение предварительных (ориентировочных) исследований для определения свойств и характеристик отходов.

Примечания

1 В оригинале стандарта [1] используется англоязычный термин «скрининг», определяемый как применение любого полуколичественного метода анализа для предварительных (ориентировочных) исследований.

2 В российской научно-технической литературе полуколичественным методом анализа называют экспресс-анализ с погрешностью от 10 % и выше.

3.4 **метод предварительного анализа:** Быстро выполненный качественный и количественный анализ состава, свойств и характеристик отходов с погрешностью от 10 % и выше.

Примечания

1 Качественный анализ — совокупность химических, физико-химических и физических методов, применяемых для подтверждения наличия (обнаружения) элементов, радикалов и соединений, входящих в состав анализируемого вещества или смеси веществ.

2 Количественный анализ — совокупность химических, физико-химических и физических методов, применяемых для определения содержания (концентрации, массы и т. д.) компонентов в анализируемом веществе.

3.5

элюат: Раствор, образующийся либо при обработке многокомпонентных соединений (либо твердых тел) элюентом (растворителем), либо в процессе выщелачивания.

[ГОСТ Р 57698—2017, статья 3.1]

4 Основные положения

4.1 Настоящий стандарт в составе руководящих указаний по выбору и применению метода предварительного анализа отходов устанавливает принципы:

- применимости необходимых этапов реализации метода;
- удобства применения метода;
- определения соответствия критериям приемки отходов;
- контроля качества метода, используемого для документирования результатов измерений.

4.2 Целью настоящего стандарта является установление критериев, определяющих возможности использования различных методов предварительного анализа конкретных параметров твердых и сыпучих отходов.

4.3 Метод предварительного анализа проводят на этапе входного контроля, т. к. это позволяет вместе с другими стандартизованными методами проводить экспресс-проверку документированных характеристик твердых и сыпучих отходов.

4.4 Методы предварительного анализа являются дополнением к стандартизованным методам:

а) при проведении процедур отбора и подготовки проб для:

1) выбора наиболее приемлемого аналитического метода;

2) предварительного отбора проб для последующего их анализа в лаборатории;

3) предоставления информации о сопутствующих компонентах, которые имеют отношение к подготовке пробы;

б) при исследовании отходов перед передачей их на место назначения;

в) для исследования (контроля) идентичности заявленных характеристик отходов, например во время их транспортирования или при передаче на мусороперерабатывающие заводы и полигоны;

г) для контроля процессов:

1) при обработке отходов;

2) на установке для переработки отходов;

д) для измерения основного параметра в крупных партиях сыпучих отходов при определении того, является материал гомогенным (гетерогенным) или нет;

е) для обнаружения (выявления) загрязненных участков (областей) на территориях, где ранее осуществлялась интенсивная промышленная деятельность;

ж) для идентификации источников загрязнения в материалах;

и) в обеспечение безопасности для определения потенциально токсичных соединений (например, газов, радиоактивности, взрывчатых веществ), которые могут представлять угрозу для людей, отбирающих и обрабатывающих пробы.

5 Предпосылки для применения метода предварительного анализа

5.1 Общие положения:

- наличие полной информации о методе предварительного анализа является основой для правильности его выбора и применения;
- необходимо установить важнейшие элементы, которые должны быть задокументированы в сопроводительном документе к методу предварительного анализа отхода;
- все данные (приложенные к упаковке, инструкции о применении и т. д.), включенные в документ или предоставляемые дополнительно или отдельно, должны быть доступными для понимания и легкочитаемыми.

5.2 При выборе и применении метода предварительного анализа указывают:

- параметр (например, Fe-общий, -Fe^{2+}, -Fe^{3+});
- диапазон измерений;
- «ноль» не должен быть указан для нижней границы рабочей зоны;
- матрицу;
- матричные помехи, мероприятия, проведенные для предупреждения и устранения помех,
- температурный диапазон, диапазон pH, другие физические условия;
- требования к условиям и длительности хранения реагентов.

5.2.1 Измерения проводят при проведении химических реакций с учетом физических понятий.

5.2.2 Указания для установления метода:

- описание поставляемых реагентов (например, состав, данные об опасности);
- описание поставляемого оборудования, например контрольный контейнер, дозирующее устройство или цветовая шкала;
- описание того, с какими измерительными приборами и как может проводиться оценка;
- состав дополнительных реагентов, обязательных для применения (например, кислоты для регулирования pH);
- набор дополнительного оборудования, обязательного для применения [например, тепловой реактор для определения химического потребления кислорода (ХПК)].

5.2.3 При документировании операций отбора проб приводят описания:

- правил отбора проб и предварительной подготовки пробы;
- количества и объемов проб.

5.2.4 На этапах проведения измерений документируют:

- мероприятия по технике безопасности и охране труда;
- требования к управлению операциями;
- необходимость квалификации и обучения;
- время реакции (интервал);
- порядок определения результатов;
- инструкции к моющим и чистящим средствам.

5.2.5 При документировании результатов устанавливают:
- количество цифр после запятой;
- точность;
- таблицу преобразования, коэффициенты пересчета;
- рекомендуемые методы для оценки результатов.

5.2.6 Идентифицируют правила ликвидации (с утилизацией инертных и удалением опасных) отходов:
- отходы, подлежащие утилизации и последующему использованию;
- опасные отходы, подлежащие обезвреживанию или удалению;
- отходы (остатки), используемые их производителем.

5.2.7 Характеристические данные метода:
- калибровка;
- имеющиеся сертификаты анализа;
- ссылки на меры по обеспечению качества (использование контрольных стандартов, проведение межлабораторных исследований).

5.2.8 Библиография (ссылки на источники информации) содержит:
- описание метода;
- дополнительные сведения, примеры возможных применений.

6 Выбор метода предварительного анализа

6.1 Критерии выбора

При выборе соответствующего метода следует учитывать критерии, перечисленные в 6.1.1—6.1.4. Процесс принятия решения и его результаты должны быть ответственно задокументированы пользователем (см. схему в приложении А и пример документации в приложении Б) с учетом следующих предпосылок выбора:
- проверка параметра или заданной серии параметров;
- определение цели исследования;
- идентификация матрицы (твердый/сыпучий отход).

6.1.1 Отбор и предварительную подготовку пробы отхода проводят при помощи:
- непосредственного измерения (например, с помощью ручных приборов);
- предварительной подготовки пробы (например, экстракция, деление), особенно в случае твердых отходов.

6.1.1.1 Большинство методов предварительного анализа требует обработки анализируемого вещества в элюате. Поэтому в большинстве случаев требуется предварительная обработка, которая осуществляется в соответствии с [4].

6.1.1.2 Если требуется предварительная подготовка пробы, то она осуществляется в соответствии с положениями [5] и с учетом [6].

6.1.2 Установление параметров для:
- отдельных компонентов (например, общее Fe, -Fe^{2+}, -Fe^{3+});
- параметров группы [например, общий органический углерод (TOC), адсорбируемые органически связанные галогены (AOX)];
- контроля идентичности (следует установить параметры, принятые на основании декларации или экспертизы мнений персонала).

6.1.3 При выборе метода предварительного анализа указывают:
- область применения;
- определяемое значение (например, предельное значение, заданное значение);
- диапазон концентрации;
- матрицу;
- ограничения процесса/помехи.

6.1.4 Ограничения включают:
- скорость (по отношению к цели определения);
- мобильность;
- затраты;
- качественную цель анализа;

- частоту применения (регулярно, однократно);
- квалификацию персонала;
- нормативные требования;
- наличие и/или несложную поставку;
- инфраструктурные условия.

6.2 После выполнения этапов, установленных в 6.1, следует осуществить, как это установлено в разделе 7, проверку готовности выбранного метода к применению.

6.2.1 Для часто повторяющихся рабочих задач должны быть определены и применены наиболее подходящие методы предварительного анализа.

6.2.2 Следует иметь наготове необходимое оборудование и порядок, задокументированный в стандартизованной рабочей инструкции.

6.2.3 Выбор и проверка готовности к применению должны производиться только один раз.

6.3 Цели в области качества

6.3.1 В целом аналитические проблемы в области качества возникают, когда, с одной стороны, необходимо определить соотношение между результатами анализа и доверительным интервалом, и, с другой стороны, определить условия принятия решений.

6.3.2 Взаимосвязь с условиями принятия решений определяет то, что применяемые аналитические методы должны соответствовать требованиям в отношении качества аналитических результатов, а эти требования должны быть выработаны и установлены до применения методов предварительного анализа.

6.3.3 Установление обоснованных целей в области качества формирует основу для выбора соответствующего метода предварительного анализа отходов.

7 Проверка пригодности метода к использованию

7.1 Общие положения:

- проверка пригодности метода к использованию необходима для того, чтобы оценить, приводит или нет выбранный метод к результатам, которые связаны с соответствующими эталонными методами;
- интенсивность и вид проверки зависят от установленных в 6.3 целей в области качества и вида оборудования, применяемого на месте нахождения отхода.

7.1.1 Могут быть применены три модуля проверки:

- проверка воспроизводимости;
- исключение ложных отрицательных результатов;
- проверка индивидуальной сопоставимости.

7.1.2 Три модуля из 7.1.1 могут быть объединены в зависимости от целей в области качества.

7.1.3 Если такую проверку проводят впервые, то требуется проверка воспроизводимости, которая может быть объединена с проверкой индивидуальной сопоставимости.

7.1.4 Если производитель (или пользователь) осуществляет публикацию данных о предварительной проверке (на месте) пригодности к использованию при сравнимых условиях, то следует ссылаться на эти данные и уменьшать трудозатраты на проведение повторной проверки.

7.1.5 Для метода предварительного анализа, для которого указан диапазон концентраций или результаты «да/нет» вместо дискретных значений, дополнительно необходимы только проверка воспроизводимости и оценка ошибочных отрицательных результатов.

7.2 Проверка воспроизводимости

7.2.1 Одна (или более) типичная гомогенизированная проба отходов, которая содержит известное количество анализируемого вещества (проверенного на воспроизводимость), анализируется шесть полных раз с помощью метода предварительного анализа.

7.2.2 Исходные данные и результаты оценивают в соответствии с целями в области качества.

7.2.3 Результаты проверки могут быть использованы для определения точности метода.

7.2.4 Для методов предварительного анализа, которые дают только диапазон концентрации или результаты «да/нет», проверка должна предоставить информацию относительно того, всегда ли шесть повторений метода предварительного анализа приводят к той же области или таким же данным («да/нет»).

7.3 Исключение ошибочных отрицательных результатов

7.3.1 Во многих случаях применение метода предварительного анализа осуществляют для предварительного отбора проб и при этом важно, чтобы метод предварительного анализа не дал ошибочных отрицательных результатов.

7.3.2 Ошибочные положительные результаты не являются критическими, поскольку контроль при помощи проверки воспроизводимости устанавливает в этих случаях окончательную ясность.

7.3.3 Чтобы проверить вероятность ошибочных отрицательных результатов, должен быть предварительно подготовлен сценарий проверки в соответствии с целями в области качества, включающий следующие положения:

- должно быть установлено, какая точность получения результатов требуется или следует руководствоваться фактической точностью (например, из 7.2);
- ряд типичных проб, которые покрывают ожидаемую сферу применения, гомогенизируют и характеризуют при помощи проверки воспроизводимости;
- все образцы анализируют также методом предварительного анализа;
- принимая во внимание данные о точности результатов, оценивают полученные данные и рассчитывают вероятность ошибочных отрицательных результатов;
- количество проанализированных проб зависит от требуемой точности результатов исследования;
- как минимум, должен рассматриваться ряд из десяти типичных проб.

7.4 Для метода предварительного анализа, который дает только диапазон концентрации или результат «да/нет», исследование должно давать информацию о том, как много ошибочных отрицательных результатов дают повторные измерения методом предварительного анализа.

7.5 Проверка индивидуальной сопоставимости

7.5.1 Одна (или более) типичная гомогенизированная проба анализируется как с помощью метода предварительного анализа, так и с помощью методов воспроизводимости (на шести повторениях).

7.5.2 Результаты оценивают статистическим методом, установленным в приложении В.

8 Аналитические критерии приемки метода

8.1 Общие положения:

- после того как было продемонстрировано, что метод предварительного анализа удовлетворяет заранее заданным критериям приемки, он должен быть использован для поставленных аналитических целей;
- некоторые из исходных критериев должны быть проверены непосредственно перед использованием, другие должны постоянно проверяться при использовании метода.

8.2 Исходные критерии устанавливают:

- согласно методам выбора, представленным в разделе 6, успешно завершенным и задокументированным;
- согласно критериям применения, представленным в разделе 5, успешно оцененным и задокументированным;
- в соответствии с аналитическими задачами целей в области качества, определенными и задокументированными;
- индивидуально по созданным сценариям пригодности к использованию, задокументированным и успешно проведенным;
- в составе мер по обеспечению качества на основе соответствующим образом установленных и задокументированных критериев приемки в области качества.

8.3 Постоянные критерии

8.3.1 Должен быть усовершенствован и задокументирован постоянный контроль за критериями приемки в области качества применяемых методов.

8.3.2 При отклонениях от критериев приемки в области качества должны быть применены и задокументированы соответствующие меры.

9 Меры по обеспечению качества применения метода

9.1 По аналогии со стандартными программными методами, применяемыми в лабораториях, и к методу предварительного анализа (в зависимости от характера обработки результатов и соответствующего подхода) предъявляют различные требования в области обеспечения качества.

9.2 Для метода, который применяется регулярно (например, больше чем один раз в неделю), должны применяться в основном те же меры в области обеспечения качества, как и для эталонного метода.

9.3 Меры по обеспечению качества метода могут включать в себя:

- проведение нескольких исследований;
- измерения в соответствии со стандартами и приемлемыми справочными материалами;
- проверки достоверности со стандартными добавлениями;
- сравнительные испытания с использованием эталонного метода;
- повторное межлабораторное исследование.

9.4 Выбор соответствующих мер по обеспечению качества зависит от конкретной цели анализа.

9.5 Решение относительно состава проводимых мероприятий, результаты этих мероприятий и их оценка должны быть задокументированы.

10 Требования к документированию результатов анализа

10.1 Применение настоящего стандарта позволяет принять обоснованное квалифицированное решение о наиболее подходящем методе анализа для выполнения поставленных задач.

10.1.1 Процесс принятия решений должен быть прозрачным и проверяемым.

10.1.2 Особое значение имеет тщательное документирование на постоянной основе, начиная с начала проверки и до оценки результатов анализа.

10.2 Минимальные требования к документации включают:

- представление критериев принятия решений согласно разделу 6;
- сведения о квалификации лиц, принимающих решения, и персонала, который осуществляет анализ;
- идентификацию отдельных мероприятий в области обеспечения качества;
- наличие перечня постоянных мероприятий в области обеспечения качества;
- отчет о взятии проб;
- письменный отчет об анализе, в том числе включая сведения:
  а) об измеренных показателях с четкой идентификацией пробы;
  б) о применяемом оборудовании;
  в) об отклонениях от рабочего процесса, если это имеет место;
  г) об оценке результатов;
  д) о предварительной обработке результатов.

10.3 Систематическое и ответственное документирование обеспечивает объективные доказательства качественности производимого анализа.

Приложение А
(справочное)

Процесс принятия решений

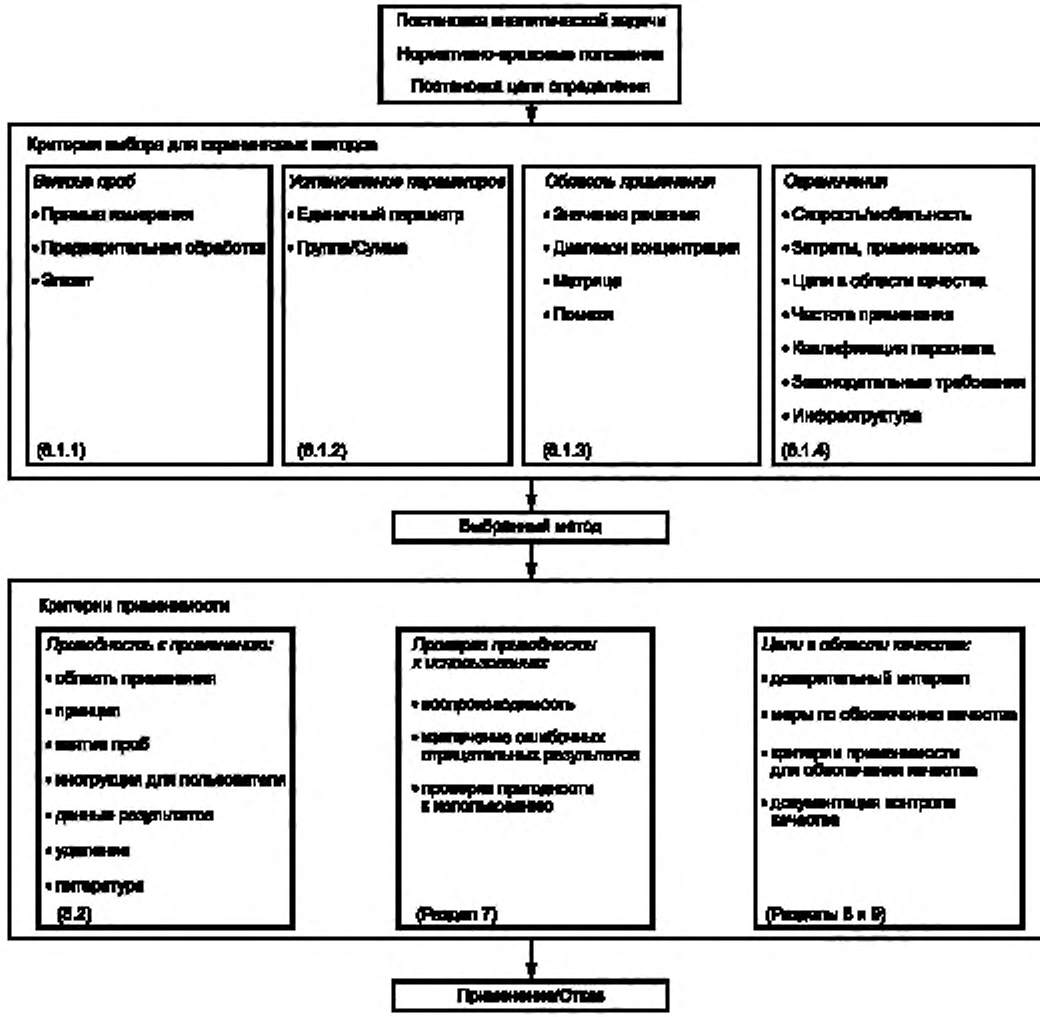

Рисунок А.1 — Блок-схема

Приложение Б
(рекомендуемое)

Пример документирования/контрольный список

Краткое описание аналитических целей:
- установление/определение цели обеспечения качества;
- критерии отбора;
- определение параметров.

Пожалуйста, отметьте крестиком, если это актуально	Аспект	Пригодность выбранного метода
☐	Анализируемое вещество:	☐
☐	Группа или сумма параметров:	☐
	Область применения	
☐	Значение выбранного решения:	☐
☐	Диапазон концентрации:	☐
☐	Матрица:	☐
☐	Ожидаемые помехи:	☐
☐	Границы метода:	☐
	Отбор проб, предварительная обработка проб	
☐	Прямые измерения:	☐
☐	Требуется отбор проб:	☐
☐	Требуется предварительная обработка проб:	☐
☐	Требуется элюат:	☐
	Ограничения	
☐	Скорость/быстрота (в отношении к установленной цели определения)	☐
☐	Мобильность	☐
☐	Цель анализа в области качества	☐
☐	Частота применения (регулярно, разово)	☐
☐	Квалификация персонала	☐
☐	Законодательные требования	☐
☐	Наличие и/или простая закупка	☐
☐	Инфраструктурные условия	☐
☐	Прочее:	☐
	Предпосылки для применения	
Соответствие действительности	Условия	Применяется
☐	Температурный диапазон, область pH, другие физические условия	☐
☐	Хранение и срок годности реагентов	☐
☐	Химическая реакция или физическое понятие	☐

Продолжение таблицы

Пожалуйста, отметьте крестиком, если это актуально	Аспект		Пригодность выбранного метода
☐	Описание поставляемых реагентов (например, состав, данные об опасности)		☐
☐	Описание поставляемого оборудования, например контейнер для проб, дозирующее устройство или цветовая шкала		☐
☐	Описание того, как и с помощью какого измерительного прибора можно проводить оценку		☐
☐	Для применения необходимых дополнительных реагентов (например, кислоты для регулировки pH)		☐
☐	Для применения дополнительного оборудования		☐
☐	Описание отбора и подготовки пробы		☐
☐	Описание количества проб		☐
☐	Меры безопасности и охраны труда		☐
☐	Пошаговое представление (пиктограмма), внедрение, обучение		☐
☐	Время реакции (интервал)		☐
☐	Определение результатов		☐
☐	Инструкции по техническому обслуживанию		☐
☐	Количество цифр после десятичной запятой		☐
☐	Прецизионность/точность		☐
☐	Таблица преобразования; коэффициенты пересчета		☐
☐	Рекомендуемые методы для оценки результатов		☐
☐	Отходы, опасные отходы, сточные воды		☐
☐	Возврат производителю		☐
☐	Калибровка		☐
☐	Имеющиеся сертификаты анализа (Analysenzertifikate)		☐
☐	Описание метода		☐
☐	Дополнительная информация, примеры возможных применений		☐
Проверка пригодности к использованию			
Пожалуйста, отметьте крестиком, если это актуально	Вид проверки	Резюме результатов	Состоявшаяся проверка
☐	Воспроизводимость		☐
☐	Ложноотрицательные результаты		☐
☐	Сопоставимость, сравнимость		☐
Меры/мероприятия по обеспечению качества			
Проведено/состоялось	Мера/мероприятие	Установление мер/мероприятий и целей в области качества:	
☐	Измерения по стандартам и пригодным справочным материалам		

Окончание таблицы

Пожалуйста, отметьте крестиком, если это актуально	Аспект	Пригодность выбранного метода
☐	Проверки достоверности со стандартным дополнением	
☐	Сравнительные испытания с эталонными методами	
☐	Межлабораторные испытания	
☐		
☐		

Критерии приемлемости:

☐ успешно завершенный метод выбора в соответствии с разделом 6;

☐ успешно оцененные критерии применения в соответствии с разделом 5;

☐ поставленные цели в области качества в соответствии с аналитическими задачами;

☐ успешно оцененный индивидуально созданный сценарий применимости;

☐ меры по обеспечению качества и соответственно установленные критерии приемки в области качества (раздел 9).

Результаты:

ФИО ответственного лица: Подпись:

Дата:

Приложение В
(справочное)

Статистический инструментарий оценивания результатов анализа проб

В.1 Общие требования

Для индивидуальной сопоставимости и оценки равноценности результатов испытаний, полученных при применении эталонного метода и метода предварительного анализа, применяют усредненный *t*-тест для реальных проб.

Для сравнения методов по меньшей мере шесть частных проб представительного гомогенизированного материала отхода анализируют обоими методами при равных начальных условиях.

В.2 Оценка статистических отклонений

Результаты двух серий испытаний оценивают в соответствии с тестом на статистические отклонения. Статистическое отклонение каждой серии является приемлемым. Контрольное значение *TV* рассчитывают по формуле

$$TV = \frac{X^* - \overline{X}}{s}, \tag{В.1}$$

где TV — контрольное значение;

X^* — единичное значение (возможное статистическое отклонение);

$\overline{X}$ — среднее значение серии;

s — стандартное отклонение серии.

Контрольное значение сравнивают с соответствующим табличным значением *tM* ($f = N$; $P = 95$ %). Если контрольное значение больше табличного значения и наблюдаемый единичный результат был обозначен как статистическое отклонение, то он должен быть исключен. Среднее значение и стандартное отклонение рассчитывают вместе с остальными данными повторно, а испытание повторяют. Для обнаружения других статистических отклонений ряды имеющихся данных неприемлемы, в связи с чем должен быть создан новый набор данных (минимальное количество достоверных данных равно пяти).

В.3 Проверка однородности дисперсии

Дисперсии обеих серий данных проверяют в соответствии с дисперсией *F*-теста.

Контрольное значение рассчитывают в соответствии с уравнением

$$TV = \frac{(s_S)^2}{(s_R)^2}, \tag{В.2}$$

где TV — контрольное значение;

s_S — стандартное отклонение ряда;

s_R — стандартное отклонение эталонного ряда.

Результат сравнивают с соответствующим табличным значением для распределения F ($f_V = N_V - 1$, $f_R = N_R - 1$; $P = 99$ %).

Если контрольное значение больше табличного значения, то считается, что продемонстрировано существенное различие. При этом выявленное отклонение не может характеризовать сопоставимость результатов. Если контрольное значение меньше или равно табличному значению и никакой существенной разницы не было продемонстрировано, то учитывают наличие полученного отклонения результатов.

Примечание — Если дисперсия скринингового метода значительно меньше, чем дисперсии стандартного метода, то *F*-тест считается успешным.

В.4 Усредненное значение *t*-теста

После устранения статистического отклонения средние значения обеих серий данных сравнивают со средним *t*-тестом. Контрольное значение проверяют с помощью уравнений:

$$TV = \frac{\overline{X}_R - \overline{X}_S}{s_d}\sqrt{\frac{N_R N_S}{N_R + N_S}}, \tag{В.3}$$

$$s_d = \sqrt{\frac{(N_R - 1)s_R^2 + (N_S - 1)s_S^2}{N_R + N_S - 2}}, \tag{В.4}$$

где TV — контрольное значение;

$\overline{X}_R$ — среднее значение эталонного ряда;

$\bar{X}_S$ — среднее значение ряда (Vor-Ort-Reihe);

N_K — количество данных в эталонном ряде;

N_S — количество данных в ряде (Vor-Ort-Reihe);

s_d — среднее стандартное отклонение из обоих рядов;

s_R — стандартное отклонение эталонного ряда;

s_S — стандартное отклонение ряда.

Среднее стандартное отклонение обоих рядов сравнивают с табличным значением *t*-распределения ($f = N_R + N_S - 2$; $P = 99$ %).

В.5 Критерии принятия решений

Если контрольное значение больше табличного значения *t*-распределения, то фиксируют неравенство сравниваемых пакетов данных.

Если контрольное значение меньше или равно табличному значению, то результат исследования сохраняют.

Если статистическое отклонение метода предварительного анализа значительно меньше, чем статистическое отклонение эталонного метода, то в уравнении (В.3) разрешается использовать s_R эталонного метода вместо s_d. В противном случае может иметь место ошибочное неравенство. В зависимости от аналитической цели в области качества пользователь настоящего стандарта может уточнять (изменять) вероятность вышеуказанных проверок.

Если выявлены статистические отклонения, то аргументация результатов должна быть правдоподобной и добросовестно задокументирована.

Библиография

[1] EH 16123:2013 (EN 16123:2013) Характеристика отходов. Руководство по выбору и применению метода предварительного анализа (Charakterisierung von Abfall — Anleitung für Auswahl und Anwendung von Screening-Verfahren)

[2] Директива Совета ЕС от 26 апреля 1999 г. 1999/31/ЕС «О полигонах для захоронения отходов» (Council Directive 1999/31/EC of 26 April 1999 on the landfill of waste)

[3] Решение 2003/33/ЕС по установлению критериев и методов для приема отходов на полигонах (2003/33/EC Entscheidung zur Festlegung von Kriterien und Verfahren für die Annahme von Abfällen auf Abfalldeponien)

[4] EH 16192:2011 (Д) [EN 16192:2011 (D)] Характеристика отходов. Анализ элюатов (Charakterisierung von Abfällen — Analyse von Eluaten)

[5] EH 15002:2015 (EN 15002:2006) Характеристика отходов. Подготовка аналитических навесок из лабораторной пробы (Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe)

[6] EH/TP 16130 (CEN/TR 16130) Характеристика отходов. Проверка на месте (Charakterisierung von Abfällen — Vor-Ort-Prüfung)

УДК 504.064:006.354 ОКС 13.030.01

Ключевые слова: ресурсосбережение, отходы, обращение с отходами, метод анализа, предварительный анализ

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 19.07.2019. Подписано в печать 29.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru