ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57554 — 2017

Охрана природы

ГИДРОСФЕРА

Учет показателей точности измерений контролируемых показателей при оценке соответствия качества воды установленным требованиям

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением науки Институт водных проблем Российской академии наук (ИВП РАН)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 409 «Охрана окружающей природной среды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 июля 2017 г. 774-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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, 2017

В Российской Федерации 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 4
Приложение А (справочное) Примеры оценки рисков ошибочных заключений о качестве воды и оценки границ подобластей, перечисленных на рисунке 6
Приложение Б (справочное) Значения вероятностей ложных заключений о соответствии/несоответствии воды установленным требованиям в зависимости от результатов измерительного контроля состава воды и границ погрешности 8
Библиография 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Охрана природы

ГИДРОСФЕРА

Учет показателей точности измерений контролируемых показателей при оценке соответствия качества воды установленным требованиям

The nature conservancy. Hydrosphere. The accounting of measurement accuracy of controlled parameters in assessment of water quality compliance with statutory requirements

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает общие подходы к оценке соответствия качества воды установленным требованиям с учетом показателей точности измерений.

1.2 Настоящий стандарт относится к контролю показателей качества воды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 27384 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 51232—98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества

ГОСТ Р 51310 Вода питьевая. Метод определения содержания бенз(а)пирена

ГОСТ Р 52180 Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии

ГОСТ Р 52730—2007 Вода питьевая. Методы определения содержания 2,4-Д

ГОСТ Р 54500.1/Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009 Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределенности измерения

ГОСТ Р 54500.3/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 10576-1—2006 Статистические методы. Руководство по оценке соответствия установленным требованиям. Часть 1. Общие принципы

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого 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 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины в соответствии с [1], [2], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

загрязняющее воду вещество: Вещество в воде, вызывающее нарушение норм качества воды.

[ГОСТ 17.1.1.01—77, статья 40]

3.2

качество воды: Характеристика состава и свойств воды, определяющая пригодность ее для конкретных видов водопользования.

[ГОСТ 17.1.1.01—77, статья 4]

3.3

контроль качества воды: Проверка соответствия показателей качества воды установленным нормам и требованиям.

[ГОСТ 27065—86, статья 2]

3.4

критерий качества воды: Признак или комплекс признаков, по которым производится оценка качества воды.

[ГОСТ 27065—86, статья 4]

3.5

неопределенность измерений: Неотрицательный параметр, характеризующий рассеяние значений величины, приписываемых измеряемой величине на основании используемой информации.

[ГОСТ Р 54500.1—2011, статья 4.2]

3.6

нормы качества воды: Установленные значения показателей качества воды для конкретных видов водопользования.

[ГОСТ 27065—86, статья 3]

3.7

нормы характеристик погрешности измерений (нормы погрешности измерений): Характеристики погрешности измерений, задаваемые в качестве требуемых или допускаемых. В качестве норм погрешности измерений приняты границы допускаемого интервала (нижняя и верхняя), в которых погрешность измерений находится с вероятностью $P = 0,95$.

[ГОСТ 27384—2002, статья 3.2]

3.8

оценка соответствия: Систематическая оценка соответствия продукции, процесса или услуги установленным требованиям посредством испытаний.

[ГОСТ Р ИСО 10576-1—2006, статья 3.4]

3.9

поверхностные воды: Воды, находящиеся на поверхности суши в виде различных водных объектов.

[ГОСТ 19179—73, статья 7]

3.10

погрешность оценки: Разность $(T - \theta)$ при оценивании параметра, где T обозначает результат оценки, а θ — оцениваемый параметр.

[ГОСТ Р 50779.10—2000, статья 2.52]

3.11

погрешность результата измерения (погрешность измерения): Отклонение результата измерения от истинного (действительного) значения измеряемой величины.

[РМГ 29—99 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения]

3.12

показатель точности измерений: Установленная характеристика точности любого результата измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений.

[ГОСТ Р 8.563—2009, статья 3.4]

3.13

предельно допустимая концентрация веществ в воде (ПДК): Концентрация веществ в воде, выше которой вода непригодна для одного или нескольких видов водопользования.

[ГОСТ 27065—86, статья 17]

3.14

приписанная характеристика погрешности измерений: Характеристика погрешности измерений, приписываемая любому результату совокупности измерений, полученному при соблюдении требований стандартизованной или аттестованной методики. В качестве приписанной характеристики погрешности измерений приняты границы интервала (нижняя и верхняя), в которых погрешность измерений находится с вероятностью P=0,95.

[ГОСТ 27384—2002, статья 3.2]

3.15

расширенная неопределенность измерений: Величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, который, как ожидается, содержит в себе большую часть распределения значений, что с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине.

[ГОСТ Р 54500.3-2011, статья 2.3.5]

4 Основные положения

4.1 Оценка соответствия качества воды — это проверка соотношения между фактической концентрацией C и предельно допустимой концентрацией (ПДК[1)]) загрязняющих воду веществ. Целью оценки соответствия является обеспечение уверенности в том, что качество воды удовлетворяет или не удовлетворяет установленным требованиям. Схему процедуры оценки соответствия следует назначать согласно требованиям п. 6 ГОСТ Р ИСО 10576-1—2006. При сравнении результатов измерений, выполненных в соответствии с принятыми методиками, наряду с допустимыми значениями (нормативами) необходимо учитывать показатели точности результатов в соответствии с ГОСТ 27384, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 54500.1, ГОСТ Р 54500.3, ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4.2 Если в документе на методику измерений приведены значения погрешности, то при измеренном значении искомой концентрации C делается запись: $C\pm\Delta$, означающая, что истинное значение величины заключено в пределах от $(C+\Delta)$ до $(C-\Delta)$, где Δ — верхняя граница приписанной характеристики погрешности — интервала, в котором погрешность измерений находится с доверительной вероятностью P. Если в документе на методику измерений приведены значения расширенной неопределенности U, то результат измерения следует выражать в виде $C\pm U$, означающем, что интервал от $(C-U)$ до $(C+U)$ содержит большую часть распределения значений, которые можно с достаточным основанием приписать контролируемому показателю. Расширенная неопределенность определяется как

$$U = ku(C), \tag{1}$$

где $u(C)$ — суммарная стандартная неопределенность;

k — коэффициент охвата, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ $k = 2$, а при $P = 0{,}99$ $k = 3$ (в соответствии с ГОСТ Р 54500.3).

Пример

Характеристики точности, такие как погрешность или неопределенность измерений, возрастают с уменьшением ПДК. Так, например, ПДК бенза(а)пирена по [5] составляет тысячные доли мкг/дм^3, поэтому процедура подготовки проб к анализу в соответствии с ГОСТ Р 51310 представляет собой многоступенчатый процесс, что снижает точность измерения. В частности, в диапазоне массовых концентраций (0,002 — 0,01) мкг/дм^3 относительная приписанная погрешность измерения δ этого вещества по аттестованной методике ГОСТ Р 51310 составляет $\delta = 50$ %, а норма погрешности $\delta_н$ по ГОСТ 27384 — $\delta_н = 70$ % при принятой здесь и далее доверительной вероятности $P = 0{,}95$. Следовательно, если измеренная массовая концентрация $C_0 = 0{,}005$ мкг/дм^3, то следует ожидать, что истинное значение массовой концентрации бенз(а)пирена скорее всего находится в пределах (0,0025 — 0,0075) мкг/дм^3. Вследствие столь высокого интервала допустимых значений контролируемого показателя возникают риски ошибочных заключений о качестве воды.

4.3 Оценка риска ошибочных заключений о качестве воды вследствие недостаточной точности измерений определяется вероятностями ложного признания ее несоответствия установленным требованиям (α) и ложного признания соответствия ($\beta=1-\alpha$). Этот риск $P = 0{,}95$, т. е. пренебрежимо мал, если норматив ПДК не попадает в интервал $[C-\Delta, C+\Delta]$. Если же ПДК лежит внутри интервала, заключение о соответствии качества воды нормативу по определяемому показателю делается с риском ошибки

$$\beta = 1 - \Phi\left(\frac{\text{ПДК} - C}{\sigma}\right), \tag{2}$$

а заключение о несоответствии — с риском ошибки

$$\alpha = \Phi\left(\frac{\text{ПДК} - C}{\sigma}\right), \tag{3}$$

где Φ — функция нормального распределения контролируемого показателя;

$\sigma = \dfrac{\Delta}{Z_{0,95}}$ — среднеквадратическое отклонение;

$Z_{0,95} = 1{,}96$ — квантиль распределения[2)].

[1)] Без нарушения общности рассуждений далее по тексту ПДК используется для обозначения любого норматива качества воды, будь то ориентировочно безопасный уровень воздействия или другая согласованная между поставщиком и потребителем величина.

[2)] В связи с тем, что на значение этих показателей оказывает влияние большое количество факторов, здесь и далее, согласно центральной предельной теореме, предполагается нормальный закон распределения.

4.4 При оценке соответствия (составлении заключений о соответствии/несоответствии) может реализоваться одна из следующих ситуаций:

- $C \le ПДК$ и $(C+\Delta) \le ПДК$ (ситуация 1);
- $C \le ПДК$, но $(C+\Delta) > ПДК$ (ситуация 2);
- $C > ПДК$, но $(C-\Delta) \le ПДК$ (ситуация 3);
- $C > ПДК$ и $(C-\Delta) > ПДК$ (ситуация 4).

Соответствующие перечисленным ситуациям подобласти значений C приведены на рисунке. Если результат выполненных измерений попадает в подобласти 1 и 4 рисунка 1, их можно принимать за истинные с заданной P=0,95. При попадании результата в подобласти 2 и 3 необходимо оценивать риски ошибок.

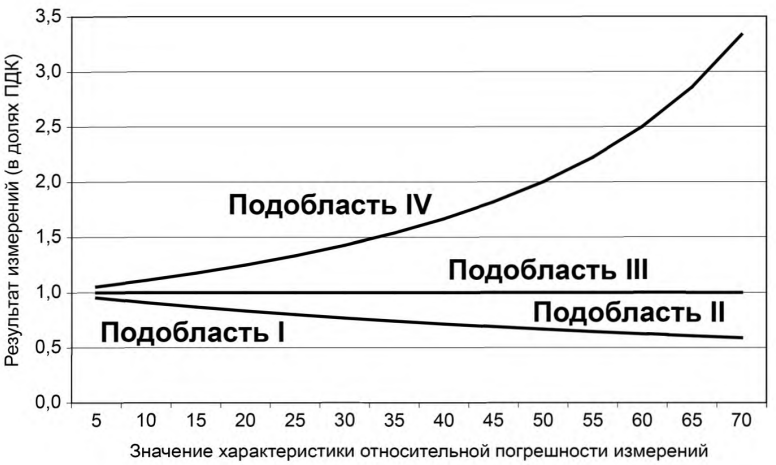

Рисунок 1 — Разбиение области возможных значений концентрации загрязняющего вещества на подобласти: **I** — $C <$ (ПДК–Δ), **II** — (ПДК–Δ) $< C \le$ ПДК, **III** — (ПДК+Δ)$> C >$ПДК, **IV** — $C >$ (ПДК+Δ)

4.5 Примеры оценки рисков ошибочных заключений о качестве воды и оценки границ подобластей, перечисленных на рисунке, приведены в Приложении А. Значения вероятностей ложных заключений о соответствии/несоответствии качества воды установленным требованиям в зависимости от результатов измерительного контроля состава воды и границ погрешности приведены в Приложении Б.

Приложение А
(справочное)

Примеры оценки рисков ошибочных заключений о качестве воды и оценки границ подобластей, перечисленных на рисунке

Пример 1

Оценить вероятность ложного заключения о несоответствии содержания мышьяка в питьевой воде, если измеренная по ГОСТ Р 52180 среднеарифметическая массовая концентрация этого вещества: (а) $\overline{C}$ = 0,08 или (б) 0,06 мг/дм^3, что больше ПДК=0,05 мг/дм^3.

Решение В соответствии с ГОСТ 27384 и ГОСТ Р 52180 для мышьяка в воде в диапазоне массовых концентраций (0,02–0,10) мг/дм^3 приписанная характеристика относительной погрешности равна норме погрешности и составляет $\delta = \Delta / C = 30$ %. Следовательно, в случае (а) ($\overline{C} - \Delta$) = 0,080 – 0,30·0,080 = 0,056 мг/дм^3, что больше ПДК. Поэтому заключение о несоответствии в данном случае делается с незначительной ошибкой α, не превышающей (1–P)/2 = 2,5 %, поскольку принято P=0,95. В случае (б) $\overline{C} - \Delta$ = 0,042, что меньше ПДК. Поэтому заключение о нарушении установленных требований делается с вероятностью ошибки

$$\alpha = \Phi\left(\frac{\text{ПДК} - \overline{C}}{\sigma}\right), \qquad (4)$$

где $\sigma = \dfrac{\Delta}{z_p}$ — среднеквадратическое отклонение измеренных значений массовой концентрации;

z_p — квантиль соответствующей функции распределения Φ(x).

Для нормального закона распределения и P=0,95 квантиль z_p =1,96. Следовательно, α =13 %.

Пример 2

Сравнить результаты оценки соответствия питьевой воды установленным требованиям по ГОСТ Р 51232 и [3], если измеренная концентрация мышьяка в пробах воды равна: (а) 0,045 мг/дм^3, (б) 0,035 мг/дм^3.

Решение В случае (а) $\overline{C}$ <ПДК, но $\overline{C} + \Delta = 0{,}045 + 0{,}013 = 0{,}058$ мг/дм^3, что больше ПДК. Следовательно, по ГОСТ Р 51232 качество воды соответствует установленным требованиям, а по рекомендациям [3] — не соответствует. В случае (б) $\overline{C} + \Delta$ = 0,035+0,011 = 0,046 мг/дм^3, т. е. измеренное значение содержания загрязняющего вещества настолько меньше ПДК, что факт соответствия подтверждается и стандартом, и [3].

Пример 3

По результатам измерений по методике, допущенной для государственного экологического и производственного контроля [4], массовая концентрация бериллия в природной воде c = 0,18 мкг/дм^3. Поскольку ПДК бериллия в природной воде составляет 0,3 мкг/дм^3 [5], то делается заключение о соответствии воды установленным требованиям по данному показателю. Насколько надежно это заключение?

Решение Массовая концентрация бериллия в долях ПДК $c = \dfrac{C}{\text{ПДК}}$ = 0,6, а δ = 20 % в диапазоне концентраций (0,1 — 1) мкг/дм^3 [4]. Следовательно, результат измерений не превышает предельного значения по табл. 1, т. е. β ≤ 2,5 %, а заключение о соответствии надежно.

Пример 4

Определить вероятность ошибки при заключении о соответствии содержания бериллия в природной воде установленным требованиям, если его измеренная массовая концентрация c = 0,285 мкг/дм^3.

Решение В данном случае массовая концентрация бериллия в долях ПДК $c = \dfrac{C}{\text{ПДК}}$ = 0,95, при установленной для бериллия погрешности измерения имеем β =30 % (таблица Б 3, Приложение Б).

Пример 5

Определить вероятность ошибки при заключении о несоответствии содержания бериллия в природной воде установленным требованиям, если его измеренная массовая концентрация c = 0,31 мкг/дм^3.

Решение Здесь массовая концентрация бериллия в долях ПДК $c = \dfrac{C}{\text{ПДК}}$ = 1,03, поэтому при ранее приведенной погрешности измерений имеем α = 32 %.

Пример 6

Измеренная массовая концентрация бериллия в природной воде c = 0,45 мкг/дм^3, поэтому делается заключение о несоответствии. Насколько надежно это заключение?

Решение Здесь $c = \frac{C}{ПДК} = 1,5$, что, согласно таблице Б 4 (Приложение Б), больше минимального значения при δ = 20 %. Поэтому $\alpha \leq 2,5$ % и решение надежно.

Пример 7

Определить границы, в которых могут быть сделаны надежные и ненадежные заключения о качестве вод по результатам измерения массовой концентрации 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в питьевой воде.

Решение ПДК 2,4-Д в питьевой воде составляет 0,03 мг/дм^3 [6] и σ_H = 40 % в соответствии с ГОСТ 27384, а значение δ, установленное методом жидкостной хроматографии по ГОСТ Р 52730 — в диапазоне концентраций (0,01 — 0,5) мг/дм^3 — 26 %. Поэтому границы, разделяющие подобласти I и II, а также III и IV нетрудно найти из уравнений $C = c$ПДК $= \frac{ПДК}{1 \pm 0,26}$. Результат приведен в таблице Б5, Приложение Б. Видно, что искомые нижняя и верхняя границы интервала равны, соответственно, 0,0237 мг/дм^3 и 0,0405 мг/дм^3. Следовательно, измерениям можно доверять только при условии, что значение массовой концентрации вещества лежит вне этих границ, практически в областях меньше 0,8 ПДК или больше 1,3 ПДК.

Приложение Б
(справочное)

Значения вероятностей ложных заключений о соответствии/несоответствии воды установленным требованиям в зависимости от результатов измерительного контроля состава воды и границ погрешности

Таблица Б.1 — Значения вероятности ложного заключения о несоответствии

Границы погрешности ±δ, % при P = 0,95	Результат измерений в долях ПДК					
	1,01	1,03	1,05	1,20	1,50	2,00
	α, %					
5	35	15	3	< 2,5	< 2,5	< 2,5
10	42	28	17	< 2,5	< 2,5	< 2,5
15	45	35	26	< 2,5	< 2,5	< 2,5
20	46	39	32	5	< 2,5	< 2,5
25	47	41	35	9	< 2,5	< 2,5
30	47	42	38	13	< 2,5	< 2,5
35	48	43	39	17	< 2,5	< 2,5
40	48	44	41	20	5	< 2,5
45	48	45	42	23	7	< 2,5
50	48	45	42	25	9	< 2,5
55	49	46	43	27	11	3,5
60	49	46	44	29	13	5
65	49	46	44	30	15	6
70	49	47	45	32	17	8

Таблица Б.2 — Максимальные значения результатов измерений, для которых $\beta \le 2,5$ % при типичных значениях приписанной характеристики погрешности

±δ, %	10	20	30	40	50	60	70
C	0,91	0,83	0,77	0,71	0,67	0,63	0,59

Таблица Б.3 — Вероятность ложного признания соответствия

Границы относительной погрешности при P = 0,95, ±δ, %	C						
	0,5	0,65	0,75	0,85	0,90	0,95	
	β						
10	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	15	
20	< 2,5	< 2,5	< 2,5	4	13	30	
30	< 2,5	< 2,5	< 2,5	12	23	36	
40	< 2,5	< 2,5	5	19	29	40	
50	< 2,5	< 2,5	9	24	32	42	
60	< 2,5	4	13	28	36	43	
70	< 2,5	6	17	31	38	44	

Таблица Б.4 — Минимальные значения результатов измерений, для которых α ≤ 2,5 % при типичных значениях приписанной характеристики погрешности

±δ, %	10	20	30	40	50	60	70
C, доли ПДК	1,11	1,25	1,43	1,67	2,00	1,50	3,33

Таблица Б.5 — Границы подобластей концентраций 2,4-Д и соответствующие вероятности ошибок β (2 и 3 строки) и α (4 и 5 строки)

Подобласть	Диапазон значений, мг/дм^3	Вероятности ошибок, %
I	0,01—0,0237	≤ 2,5
II	0,0237—0,03	2,5—50
III	0,03—0,0405	50—2,5
IV	0,0405—0,50	≤2,5

Библиография

[1] Водный кодекс Российской Федерации от 3 июня 2006 г. № 74-ФЗ. Принят Государственной Думой 12 апреля 2006 года

[2] Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений». Принят Государственной Думой 11 июня 2008 года

[3] МИ 2612-2000 ГСИ. Метрологические критерии оценки соответствия качества объекта сертификации нормативным требованиям

[4] ПНД Ф 14.1:2:4.135-98 (2008) Методика выполнения измерений массовых концентраций металлов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой в питьевой, природной, сточной водах и атмосферных осадках

[5] СанПиН 2.1.4.1074-01 Питьевая вода и водоснабжение населенных мест. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

УДК 628.1 ОКС 13.060.45

Ключевые слова: оценка соответствия, погрешность измерений, неопределенность результатов измерений, ложное заключение, относительная погрешность, заключение о несоответствии

БЗ 2—2017/51

Редактор *Е.В. Таланцева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.С. Тыртышного*

Сдано в набор 28.07.2017. Подписано в печать 08.08.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 28 экз. Зак. 1394.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru