ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56157— 2014

Почва

МЕТОДИКИ (МЕТОДЫ) АНАЛИЗА СОСТАВА И СВОЙСТВ ПРОБ ПОЧВ

Общие требования к разработке

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 25 «Качество почв, грунтов и органических удобрений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 октября 2014 г. № 1295-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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.ru)

© Стандартинформ, 2015

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Почва

МЕТОДИКИ (МЕТОДЫ) АНАЛИЗА СОСТАВА И СВОЙСТВ ПРОБ ПОЧВ

Общие требования к разработке

Soil.
Procedures (methods) of analysis of composition and properties of soil samples.
General requirements for development

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на почвы и устанавливает общие требования к разработке и пересмотру методик (методов) качественного и количественного анализа состава и свойств проб почв (далее – методики).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1.2–2009 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены

ГОСТ 1.3–2008 Межгосударственная система стандартизации. Правила и методы принятия международных и региональных стандартов в качестве межгосударственных стандартов

ГОСТ 1.5–2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

ГОСТ 8.417–2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 27593–88 Почвы. Термины и определения

ГОСТ 29269–91 Почвы. Общие требования к проведению анализов

ГОСТ Р 1.2–2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила разработки, утверждения, обновления и отмены

ГОСТ Р 1.4–2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения

ГОСТ Р 1.5–2012 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения

ГОСТ Р 1.7–2008 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила оформления и обозначения при разработке на основе применения международных стандартов

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.568–97 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-3–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Издание официальное

ГОСТ Р ИСО 5725-4–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-5–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО 11095–2007 Статистические методы. Линейная калибровка с использованием образцов сравнения

ГОСТ Р ИСО 11464–2011 Качество почвы. Предварительная подготовка проб для физико-химического анализа

ГОСТ Р ИСО 14507–2011 Качество почвы. Предварительная подготовка проб для определения органических загрязняющих веществ

ГОСТ Р ИСО 21748–2012 Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений

ГОСТ Р 52361–2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 54500.3–2011 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

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 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, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 8.568, ГОСТ Р 52361, ГОСТ 27593, [1]– [3], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **качественный анализ состава [свойств] проб почв:** Экспериментальное установление факта присутствия или отсутствия искомого компонента [свойства] в пробе почвы при заданном пороговом значении его содержания [наличия].

3.1.2 **количественный анализ состава [свойств] проб почв:** Экспериментальное определение значений одного или нескольких показателей, характеризующих состав [свойства] проб почв.

3.1.3 **методика (метод) анализа состава и свойств проб почв:** Документированная процедура, полностью описывающая процесс выполнения качественного и (или) количественного анализа состава и свойств пробы почвы, устанавливающая требования к его надежной и безопасной реализации, способы представления результатов анализа и контроль их качества.

Примечания

1 Методики количественного анализа являются методиками (методами) измерений. При этом результаты количественного анализа, получаемые по ним, являются результатами измерений определяемых величин и должны сопровождаться установленными характеристиками погрешности или неопределенностью. Методики количественного анализа разделяют на эмпирические и рациональные.

Результаты измеряемых величин по эмпирическим методикам определяют через саму процедуру измерений, например при определении содержания подвижных соединения фосфора и калия и т. п.

Рациональные методики количественного анализа предназначены для получения результатов измерения величин, не зависящих в рамках установленной точности от процедуры измерений.

2 Методики качественного анализа обычно содержат измерительные процедуры и средства их реализации, но результаты качественного анализа не являются результатами измерений. Результаты качественного анализа принято сопровождать информацией об их достоверности. Методика качественного анализа может являться составной частью методики количественного анализа.

3 Методики регламентирует требования к необходимым для проведения анализа средствам измерений, стандартным образцам, оборудованию, материалам и реактивам, требования к условиям окружающей среды, операторам, требования безопасности и др.

3.1.4 **проба почвы:** Часть почвы, отобранная и, при необходимости, специальным образом обработанная в соответствии с документированной процедурой, а затем поступившая для анализа ее состава и свойств.

Примечания

1 Приведенное определение соответствует понятию «лабораторная проба почвы».

2 Документированные процедуры, описывающие процесс отбора и подготовки проб почв, являются методиками отбора и подготовки проб почв, которые принято оформлять отдельными от методик (методов) анализа проб почв нормативными или методическими документами.

3.1.5 **валидация методики (метода) анализа состава и свойств проб почв:** Подтверждение на основе представления объективных свидетельств того, что методика анализа может быть применена для решения поставленной аналитической задачи в границах установленной номенклатуры объектов анализа.

Примечание – Валидация методики является многоэтапным процессом, включающим определение критериев валидации, оценку показателей эффективности (характеристик) методики, проверку того, что методика соответствует установленным критериям, и объявление о применимости методики для решения поставленной аналитической задачи.

3.1.6

нормативы качества почв: Показатели, характеризующие состав, строение и свойства почв, при которых они сохраняют способность выполнять свои функции.

[Модельный закон «Об охране почв» [3], статья 2]

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

АС – аттестованная смесь;

ВО – вспомогательное оборудование;

ГХ – градуировочная характеристика;

ИО – испытательное оборудование;

СИ – средство измерений;

СО – стандартный образец.

4 Общие положения

4.1 Разработка методики, выполняемая компетентным персоналом, предусматривает проведение теоретических и экспериментальных исследований, в том числе валидационной направленности, и создание документа на методику.

4.2 Методики количественного анализа должны соответствовать метрологическим требованиям к измерениям, в том числе к точности измерений [1].

4.3 В соответствии с [1] для методик количественного анализа, являющихся методиками (методами) измерений и относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, обязательные метрологические требования к измерениям (количественному определению) показателей, характеризующих состав и свойства почв, в том числе требования к точности измерений, определяются нормативно-правовыми актами федеральных органов исполнительной власти в пределах своих полномочий [4] – [5] и приводятся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, доступном через сеть «Интернет».

4.4 Для методик количественного анализа, являющихся методиками (методами) измерений и не относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, методик качественного анализа метрологические требования определяет заказчик (разработчик) методики с учетом организационной, ведомственной принадлежности.

4.5 Метрологические требования к анализу (измерениям) состава и свойств проб почв устанавливают с учетом применяемой классификации почв и целей использования результатов анализа (измерений).

4.5.1 К метрологическим требованиям при качественном анализе относят:

- предел обнаружения показателя, характеризующего состав (свойство) почв (значение и его единица величины);
- достоверность обнаружения показателя, характеризующего состав (свойство) почв (значение и его единица величины).

4.5.2 К метрологическим требованиям при количественном анализе относят:

- вид и характеристику измеряемой величины [показателя, характеризующего состав (свойство) почв];
- единицу измеряемой величины [показателя, характеризующего состав (свойство) почв];
- диапазон измерений величины [показателя, характеризующего состав (свойство) почв];

- точность (прецизионность, правильность) измерений;
- обеспечение метрологической прослеживаемости результатов измерений;
- условия проведения измерений;
- число цифр в результате измерений (требования к округлению результатов измерений) – при необходимости;
- предел (количественного) определения показателя, характеризующего состав (свойства) почв.

4.6 Для подтверждения соответствия методики количественного анализа метрологическим требованиям к измерениям проводят оценку показателя точности методики и проверку соответствия его значений требованиям к точности.

4.7 При оценке значений показателя точности методик количественного анализа, разрабатываемых для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должна быть обеспечена метрологическая прослеживаемость к соответствующим государственным первичным эталонам единиц величин.

4.8 Разработку методик проводят с использованием положений настоящего стандарта, ГОСТ 29269, ГОСТ Р 8.563 и [6].

4.9 Документы в области стандартизации на методики разрабатывают в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.2, ГОСТ Р 1.4, ГОСТ Р 1.5, ГОСТ Р 1.7, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ 1.2, ГОСТ 1.3, ГОСТ 1.5 и [7].

4.10 Разработанная методика количественного анализа, применяемая в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должна быть аттестована по ГОСТ Р 8.563. Разработанная методика количественного анализа, не предназначенная для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, может быть аттестована в добровольном порядке по ГОСТ Р 8.563.

4.11 Разработанная методика качественного анализа проходит метрологическую экспертизу на соответствие метрологическим требованиям, которую проводят эксперты-метрологи в области аттестации методик измерений физико-химического состава и свойств веществ.

4.12 Валидация методик является неотъемлемой частью ее разработки, которую проводит разработчик методики или по его поручению компетентная сторонняя организация.

При проведении валидации методики количественного анализа руководствуются подходами и алгоритмами, приведенными в ГОСТ Р ИСО 5725-1 – ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р ИСО 11095, ГОСТ Р ИСО 21748, ГОСТ Р 54500.3, [8] – [11].

При проведении валидации методики качественного анализа руководствуются подходами и алгоритмами, приведенными в [10].

4.13 Методика, разработанная для нескольких лабораторий (сети лабораторий), до своего применения в конкретной лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 подлежит процедуре внедрения (при этом могут быть использованы рекомендации [12], [13]).

4.14 Результаты анализа, получаемые по методике, подлежат контролю их качества в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и ГОСТ Р 8.563.

При этом организацию внутреннего контроля качества результатов количественного анализа организуют в соответствии алгоритмами, приведенными в документе на методику анализа, и, при необходимости, в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [13].

Внутрилабораторный контроль качества результатов качественного анализа организуют в соответствии с алгоритмами, приведенными в документе на методику качественного анализа.

Контроль качества результатов анализа со стороны внешних организаций обеспечивают путем участия лабораторий, применяющих методики, в программах проверок квалификации посредством межлабораторных сравнительных испытаний.

4.15 Пересмотр методик проводят в случае:

- изменения метрологических требований, предъявляемых к измерениям показателей, характеризующих состав и свойства почв;
- необходимости улучшения или уточнения метрологических характеристик методики на основе данных о ее практическом применении;
- необходимости расширения области применения методики;
- необходимости увеличения числа анализируемых показателей, характеризующих состав и свойства почв;
- необходимости расширения диапазона измерений количественно определяемых показателей, характеризующих состав и свойства почв.

5 Общие требования к разработке методик

5.1 Основные этапы разработки методики количественного анализа должны соответствовать ГОСТ Р 8.563 (пункт 5.2).

5.2 Структура документа, регламентирующего методику анализа (построение, содержание, изложение), должна соответствовать ГОСТ Р 8.563 (подпункт 5.2.2), для документов в области стандартизации – ГОСТ Р 1.5, ГОСТ Р 1.7, ГОСТ 1.3 и ГОСТ 1.5.

5.3 В области применения методик должны быть четко указаны классификационные характеристики анализируемых почв (тип, подтип, род, вид), на которые методика распространяется, наличие мешающих анализу влияний, способы их устранения и (или) допускаемый уровень неустранимых мешающих влияний, для методик количественного анализа – диапазоны измерений определяемых показателей, характеризующих состав (свойства) почв, для которых будут установлены показатели точности измерений. Наименование определяемого показателя, характеризующего состав (свойство) почв, должно предусматривать форму нахождения или способ извлечения компонента почвы: водорастворимые, подвижные, кислоторастворимые, обменные, валовые и др.

5.4 В зависимости от того как определена область использования методики (конкретные лаборатории, сеть лабораторий, одна лаборатория) валидация методики как этап ее разработки должна быть проведена в соответствующей форме: межлабораторная валидация – совместное участие в валидационных исследованиях конкретных лаборатории (сети лабораторий); одиночная валидация – участие в валидационных исследованиях одной лаборатории.

5.5 При разработке методик количественного анализа необходимо учитывать, что нижняя граница диапазона измерений определяемого показателя не должна превышать половины значения норматива качества почвы, ассоциированного с определяемым показателем, или половины значения фонового содержания вещества в почве.

Примечание – Нижняя граница диапазона измерений определяемого по методике показателя не может быть меньше значения его предела определения, установленного для методики.

5.6 Верхнюю границу диапазона измерений определяемого показателя для методик количественного анализа устанавливают с учетом целей измерений, требований заказчика и других требований, например, применение методики для получения аналитической информации в чрезвычайных и аварийных ситуациях.

5.7 Показатели эффективности методик качественного анализа должны соответствовать установленным заказчиком метрологическим требованиям или быть приведены в действующих нормативно-правовых актах, нормативных документах.

5.8 Методы анализа и обеспечивающие их СИ, ИО, ВО, СО, АС, реактивы выбирают в соответствии с поставленной аналитической задачей [6], [14]. Применяемые СИ, ИО, СО, ВО, АС, реактивы должны соответствовать современному уровню развития науки и техники, в том числе обеспечивать безопасность труда, экологическую безопасность, энергоэффективность. В области государственного регулирования обеспечения единства измерений применяемые СИ, СО, ИО, АС должны быть метрологически обеспечены в соответствии с ГОСТ Р 8.568 и [15] – [17]. Применяемые СО состава (свойств) почв должны быть адекватными анализируемым почвам с учетом ее классификации. Применяемые реактивы должны иметь степень чистоты не ниже «чистый для анализа», если нет других указаний.

В целом применяемые СИ, ИО, СО, АС, реактивы должны обеспечивать метрологическую прослеживаемость результатов измерений, получаемых по методикам.

5.9 Для методик количественного анализа, применяемых в области государственного регулирования обеспечения единства измерений, измеряемые величины и их единицы должны соответствовать ГОСТ 8.417 и [18].

5.10 Методики должны содержать требования:

- безопасности, охраны окружающей среды;
- к условиям проведения анализа;
- к условиям окружающей среды, качеству электрической энергии;
- по подготовке к анализу СИ, ИО, ВО;
- по приготовлению растворов, посуды к анализу;
- условий хранения поступивших в лабораторию проб почв;
- по проведению подготовки пробы почвы к анализу.

5.11 Выбор способа подготовки поступившей в лабораторию пробы почвы зависит от характеристик объекта анализа, матрицы пробы, оснащенности лабораторий аналитическим оборудованием, требований к длительности проведения анализа. При описании операций подготовки пробы почвы к анализу учитывают требования ГОСТ Р ИСО 11464, ГОСТ Р ИСО 14507.

При разработке методики необходимо определить коэффициенты извлечения определяемых компонентов из проб почв и учитывать их при вычислении результатов анализа. Допускаемое значение коэффициента извлечения определяемого компонента в зависимости от самого определяемого компонента, типа почвы, метода подготовки пробы составляет от 60 % до 100 %.

Примечание – Особенности способа подготовки лабораторной пробы почвы к анализу, например, высушивание проб почв до воздушно-сухого или абсолютно-сухого состояния; кислотное, микроволновое, автоклавное, ультразвуковое разложение проб почв, получение определенных почвенных вытяжек часто приводят к ситуации, когда результат анализа напрямую и сильно зависит от способа подготовки пробы. Необходимо иметь в виду, что может возникнуть ситуация, когда для подобных результатов анализа зачастую трудно (или невозможно) обеспечить метрологическую прослеживаемость в связи с эмпирической природой методики.

5.12 При разработке методик особое внимание уделяют выявлению и устранению мешающих анализу влияний. Если мешающее влияние не возможно или нецелесообразно устранить, то при валидации методики необходимо установить допустимые уровни влияния, и на этих уровнях оценить точность методики, при этом рекомендуются организовать факторные эксперименты, например однофакторный эксперимент по [8].

В случае, если методика не позволяет селективно анализировать показатель, характеризующий состав (свойство) почв, и результат анализа является суммарным для анализируемого и мешающего показателей, документ на методику должен содержать алгоритм получения «чистого» результата анализа и формирования его показателя качества: показатель точности для количественного анализа, показатель достоверности для качественного анализа.

5.13 На начальных этапах разработки методики рекомендуется провести практическое опробование разработанной процедуры анализа с использованием СО состава (свойств) почв и/или реальных проб почв с альтернативной методикой.

Примечание – Результаты опробования процедуры количественного анализа признаются удовлетворительными с использованием СО, если модуль разности между результатом измерений определяемого показателя, полученным по разрабатываемой методике, и аттестованным значением СО не превышает заданного показателя точности разрабатываемой методики (интервальная оценка); с использованием реальных проб и альтернативной методики, если модуль разности между результатами измерений определяемого показателя, полученными по разрабатываемой и альтернативной методикам анализа не превышает квадратного корня из суммы квадратов заданного показателя точности разрабатываемой методики анализа и установленного показателя точности альтернативной методики анализа (интервальные оценки). Если приведенные условия не выполнились, то выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам опробования, и при необходимости разрабатываемую методику дорабатывают.

5.14 При разработке методик количественного анализа должно быть определено число параллельных определений, необходимое для получения результата анализа (измерений), и разработана процедура проверки приемлемости результатов параллельных определений на основе алгоритмов, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-6, [19].

Примечание – При определении числа параллельных определений учитывают материальные и временные затраты на проведение параллельных определений, при этом установлено, что с увеличением параллельных определений увеличивается точность анализа, поэтому минимально рекомендуется получение двух результатов параллельных определений.

5.15 Процедуры обработки результатов анализа, в том числе правила округления, и способ их представления должны быть четко определены при разработке методики. Для методик количественного анализа рекомендуется использовать правила, приведенные в [8], [20].

5.16 Разработку процедур и установление нормативов внутреннего контроля качества (точности) результатов количественного анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6, [13].

5.17 Оценку показателей прецизионности и правильности методики количественного анализа выполняют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2– ГОСТ Р ИСО 5725-5 и [8]. Оценку показателя точности методики количественного анализа в виде приписанной характеристики погрешности (неопределенности) выполняют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 21748 и [8].

5.18 Методика количественного анализа может включать раздел по оценки неопределенности каждого получаемого результата анализа по ГОСТ Р 54500.3, [9]. В этом случае не принято оценивать приписанную неопределенность методики количественного анализа.

5.19 Если методика количественного анализа предназначена для использования в нескольких лабораториях (сети лабораторий), то при оценке показателя (предела) воспроизводимости должен быть проведен межлабораторный эксперимент по ГОСТ Р ИСО 5725-2, [8].

5.20 Оценка показателей прецизионности, правильности, точности методики количественного анализа должна быть проведена для всего диапазона измерений и для всех определяемых показателей, характеризующих состав и свойства почв.

Примечание – Если результаты измерений получают на основе n результатов параллельных определений ($n > 1$), то показатели прецизионности, правильности, точности методики количественного анализа проб почв должны быть установлены применительно к результатам измерений.

5.21 Способы выражения показателей прецизионности, правильности, точности методики измерений количественного анализа должны соответствовать [8], [20].

5.22 Если результат анализа, полученный по методике, предназначен для принятия значимых решений, например, связанных с вопросами национальной безопасности, трансграничного поступления загрязняющих веществ на территорию Российской Федерации, определения супертоксичных веществ в почвах, установления экономического ущерба при загрязнении почв, разрешения судебных споров, то в документе на методику должна быть прописана процедура получения параллельных и резервных проб почв для разрешения возможных разногласий между всеми субъектами, связанными с принимаемыми решениями.

5.23 В случае, если методикой количественного анализа предусмотрено построение ГХ для СИ универсального назначения (хроматографы, спектрометры и т. п.), то процедуры установления ГХ, проверки стабильности, линейности ГХ, оценки погрешности ГХ разрабатывают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 11095, [21], [22]. В качестве образцов для установления ГХ используют адекватные по составу (свойствам) анализируемым пробам стандартные образцы или аттестованные смеси.

Примечание – ГХ для СИ, реализующих физические законы, выраженные линейными уравнениями, должны быть линейные. Проверку линейности ГХ с использованием статистических методов описывают в документе на методику. Нелинейные ГХ должны предусматривать достаточное для установления вида зависимости количество градуировочных образцов.

Библиография

[1] № 102-ФЗ — Федеральный закон от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

[2] Руководство ИСО/МЭК 99:2007 — Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM). Русская версия. ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 2010

[3] Модельный закон «Об охране почв», принятый Постановлением Межпарламентской Ассамблеи СНГ от 31.10.2007, № 29-16

[4] Перечень измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выполняемых при осуществлении деятельности в области гидрометеорологии и смежных с ней областях, и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности измерений, Утвержден приказом Минприроды России от 07.1.2012 № 424

[5] Перечень измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выполняемых при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды, и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности измерений, Утвержден приказом Минприроды России от 07.1.2012 № 425

[6] Р 50.2.090-2013 — Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Общие требования к разработке, аттестации и применению

[7] ПМГ 92–2009 — Правила по межгосударственной стандартизации. Метрологическая экспертиза проектов межгосударственных и национальных стандартов

[8] РМГ 61–2010 — Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[9] Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК — «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», 2-е издание, 2000 – Пер. с англ. – СПб ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, 2002

[10] Руководство ЕВРАХИМ (EURACHEM Guide) — Оценка пригодности аналитических методов. Лабораторное руководство по валидации методов и связанным темам. Редакция на английском языке 1.0., 1998

(The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. English Edition 1.0, 1998)

[11] Технический отчет ИЮПАК (IUPAC Technical Report) — Гармонизированные руководящие указания по валидации методов анализа в одной лаборатории. Чистая и прикладная химия, Т. 74, № 5, 835 – 855 с.

(Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis. Pure Appl. Chem., Vol.74, No 5, pp.835-855, 2002)

[12] Р 50.2.060–2008 — Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лабораторию Подтверждение соответствия установленным требованиям

[13] РМГ 76–2004 — Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[14] МИ 1967–89 — Государственная система обеспечения единства измерений. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения

[15] Приказ Минпромторга РФ от 30 ноября 2009 г. № 1081 — Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения

[16] ПР 50.2.006–94 — Правила по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

[17] РМГ 60–2003 — Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[18] Постановление Правительства РФ от 31.10.2009 г. № 879 — Об утверждении Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации

[19] МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

[20] ПМГ 96–2009 Правила по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления

[21] РМГ 54–2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Характеристики градуировочные средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов

[22] МИ 2175–91 Государственная система обеспечения единства измерений. Градуировочные характеристики средств измерений. Методы построения и оценивания погрешностей

УДК 631.42:006.354 ОКС 13.080.05

Ключевые слова: методика анализа, пробы почв, качественный анализ, количественный анализ, валидация методики, разработка методики, аттестация методики, метрологические требования, нормативы качества почв

Подписано в печать 01.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1158.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru