ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



И.Л.Феофанов

февраля 2010 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ В ПРОБАХ ПОЧВ, ГРУНТОВ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ, ИЛОВ, ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.1:2:2.2:3.65-10

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2010 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит ФГУ «ФЦАО».

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГУ «ФЦАО»).

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика и ФГУ «ФЦАО» преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой доли диоксида кремния в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, отходов производства и потребления (в отходах горных пород, руд, смётах, золошлаках, шламах с высоким содержанием кремнезёма, футеровочном бое) гравиметрическим методом.

Диапазон измерений массовой доли диоксида кремния от 5 до 97 %.

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод определения массовой доли диоксида кремния основан на:

1. сплавлении пробы с содой;
2. выщелачивании плава и переводе солей металлов в хлориды обработкой соляной кислотой;
3. выделении кремнекислоты желатином;
4. озолением кремнекислоты до диоксида кремния и определением его гравиметрическим методом.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабора́торий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

Таблица 1- Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений (массовая доля), %	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=1), σ_R, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=2), $\sigma_{R,n=2}$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=1), $\pm\delta$, %	Показатель точности[2] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2), $\pm\delta_{K,n=2}$, %
От 5 до 20 вкл.	11	14,5	13	29	26
Св. 20 до 97 вкл.	8	11,5	10	23	20
Примечание – n - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений					

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Весы лабораторные аналитические общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001.

Сито с диаметром ячеек 1 мм.

Ступка агатовая (яшмовая).

Стаканы полиэтиленовые вместимостью 300 $см^3$.

Стаканы химические В-1-250, В-1-500 по ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные вместимостью 250 $см^3$, 1 $дм^3$ по ГОСТ 1770-74.

---

[1] Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2 и n=1.

[2] Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2 и n=2.

Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91.

Цилиндры 1(3)-10, 1(3)-25, 1(3)-25 по ГОСТ 1770-74.

Фторопластовый цилиндр 1(3)-10.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.

Колбы конические по ГОСТ 25336-82.

Стаканы для взвешивания СВ по ГОСТ 25336-82.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336-82.

Тигли платиновые высокие 100-7(8,9) с крышками по ГОСТ 6563-75.

Шпатели платиновые или фарфоровые.

Щипцы длинные с платиновыми наконечниками.

Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 9147-80.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147-80.

Плитка электрическая закрытого типа по ГОСТ 14919-83.

Печь муфельная обеспечивающая поддержание температурного режима до 1000°С.

Шкаф сушильный с регулятором температуры с погрешностью ± 1°С.

Водяная баня по ТУ 46-29-602.

Стеклянные (полиэтиленовые) палочки.

Часовые стёкла диаметром 7-10 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336-82.

Фильтр обеззоленный «белая лента» по ТУ 6-09-1678-86.

Примечание. 1 Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2 Приборы должны быть поверены в установленные сроки.

3.2 Реактивы

Кислота хлористоводородная (соляная) по ГОСТ 3118-77.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78.

Кислота салициловая по ГОСТ 624-79.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83-79.

Натрий гидроокись по ГОСТ 4328-77.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75.

Желатин по ГОСТ 11293-89.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Примечание. 1 Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации х.ч. или чда.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ПОТ Р М-004-97.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4.3 Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-91.

4.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой гравиметрического анализа, освоивший методику в процессе тренировки и уложившийся в нормативы при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;
атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст.);
относительная влажность воздуха не более 80% при t=25°С;
напряжение сети (220±22) В;
частота переменного тока (50 ±1) Гц.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ 17.4.3.01-83 "Почвы. Общие требования к отбору проб"; ГОСТ 17.4.4.02-84 «Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа»; ПНД Ф 12.1:2:2.2:3.2-2003 «Отбор проб почв, грунтов, осадков биологических очистных сооружений, шламов промышленных сточных вод, донных отложений искусственно созданных водоёмов, прудов-накопителей и гидротехнических сооружений», ПНД Ф 12.4.2.1-99 «Отходы минерального происхождения. Рекомендации по отбору и подготовке проб. Общие положения», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность» или другими нормативными документами, утверждёнными и применяемыми в установленном порядке.

При отборе проб составляется сопроводительный документ, в котором указывается:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер пробы;

должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Приготовление вспомогательных реактивов

8.1.1 Приготовление натрия углекислого безводного (соды)

10-15 г соды помещают в фарфоровую чашку и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 105°С 2 часа. Хранят в полиэтиленовой банке с притёртой крышкой. Срок хранения не ограничен.

8.1.2 Приготовление раствора хлористоводородной кислоты с концентрацией 2 моль/дм^3

165 см^3 соляной кислоты (ρ=1,19 г/см^3) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

8.1.3 Приготовление раствора серной кислоты (1:4)

50 см^3 серной кислоты (ρ=1,83 г/см^3) помещают в термостойкий стакан вместимостью 500 см^3. При постоянном перемешивании по стенке стакана осторожно добавляют 200 см^3 дистиллированной воды. Раствор охлаждают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде, срок хранения не ограничен.

8.1.4 Приготовление 1% раствора желатины

В стакан вместимостью 150 см^3, содержащий 40 см^3 воды, помещают 1 г желатины так, чтобы листочки не попадали на стенки стакана. Дают раствору постоять 1-2 часа при комнатной температуре, время от времени перемешивая его стеклянной палочкой. Добавляют 0,05 г салициловой кислоты для консервации, нагревают стакан на водяной бане при перемешивании до полного растворения желатины. Разбавляют раствор до 100 см^3 холодной дистиллированной водой. Раствор при взбалтывании должен образовывать устойчивую пену. Используют свежеприготовленный раствор.

8.1.5 Приготовление раствора серебра азотнокислого

2,5 г серебра азотнокислого растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды с добавлением 3 капель азотной кислоты (ρ=1,4 $г/см^3$).

Раствор хранят в склянке из тёмного стекла до помутнения или изменения окраски.

8.2 Определение влажности пробы

8.2.1 Подготовка фарфоровых чашек

Пустые пронумерованные чашки доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при t = (105±2)°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

8.2.2 Для пересчета массы навески на абсолютно сухую пробу определяют содержание гигроскопической влаги. Для этого берут 3 навески по 0,2 г, помещают в предварительно подготовленные фарфоровые чашки (п.8.2.1) и высушивают при t = (105±5)°С в сушильном шкафу до постоянной массы.

$$g = \frac{P_{возд.сух.} - P_{сух.}}{P_{возд.сух.}} * 100 , \qquad (1)$$

где g – содержание гигроскопической влаги, %;

$P_{возд. сух.}$ – масса воздушно-сухой навески, г;

$P_{сух.}$ – масса абсолютно сухой навески, г.

При выполнении условия: $|g_{max} - g_{min}| \leq 12\%$ вычисляют $g_{ср.}$

$$g_{ср.} = \frac{g_1 + g_2 + g_3}{3} \qquad (2)$$

Определяют коэффициент пересчета на абсолютно-сухую пробу:

$$K = \frac{100}{100 + g_{ср.}}, \%. \qquad (3)$$

Точная масса навески абсолютно сухой пробы почвы (г) рассчитывается по формуле:

$$m_{абс.сух.} = m_{возд.сух.} * K, \qquad (4)$$

где К – коэффициент пересчета (3).

8.3 Подготовка платиновых тиглей

Пустые пронумерованные тигли доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при t = (105±2)°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка пробы

Пробу высушивают в сушильном шкафу при t = (105±2)°С, растирают в агатовой ступке, просеивают через сито с диаметром ячеек 1 мм. Не прошедшие через сито частицы дополнительно измельчают, объединяют с общей массой, растирают в агатовой ступке до пылеобразного состояния.

9.2 Проведение анализа

9.2.1 Сплавление пробы

В платиновый тигель помещают навеску пробы массой 1 г, взвешенную с точностью до 0,0001 г, и 4-6 г тонкоизмельчённой соды (по п. 8.1.1). Соду добавляют постепенно, небольшими порциями. Тщательно перемешивают пробу с содой шпателем (особенно на дне и в уголках тигля.) Обтирают шпатель порцией сухой соды 0,5 г. На приготовленную для сплавления пробу насыпают сверху слой соды.

Тигель закрывают платиновой крышкой и сплавляют в муфельной печи, постепенно повышая температуру до 1000°С, выдерживают при этой температуре 60 минут. После окончания сплавления тигель вынимают из муфельной печи, плав осторожно вращением распределяют по стенкам тигля.

9.2.2 Выщелачивание плава, перевод солей металлов в хлориды

Остывший плав вместе с тиглем и крышкой опускают в полиэтиленовый стакан вместимостью не менее 300 $см^3$ (можно пользоваться стеклянной посудой с неповреждённой поверхностью), куда предварительно добавлено 80-100 $см^3$ дистиллированной воды. Закрывают стакан часовым стеклом и ставят на водяную баню для выщелачивания. Периодически содержимое стакана перемешивают полиэтиленовой (или стеклянной) палочкой. После отделения плава от стенок тигля, тигель осторожно достают палочкой, обмывают водой. Если в тигле осталось небольшое количество плава, его обрабатывают раствором соляной кислоты (по п. 8.1.2), перено-

сят солянокислый раствор в стакан. Аналогично обрабатывают крышку тигля. Стакан закрывают часовым стеклом и осторожно по палочке добавляют 15 см^3 соляной кислоты (р = 1,19), для перевода солей металлов в хлориды. После прекращения выделения газа стекло обмывают водой, стакан помещают на водяную баню и упаривают содержимое до влажных солей. *Не допускать высушивания остатка.* Если остаток солей доведен почему-то до сухого состояния, то его смачивают несколькими миллилитрами соляной кислоты и избыток последней удаляют выпариванием.

Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

9.2.3 Выделение кремниевой кислоты желатином

К слегка охлаждённому влажному остатку приливают 5 см^3 свежеприготовленного 1%-ного раствора желатина (по п.8.1.4) и оставляют стоять на кипящей водяной бане, изредка перемешивая. Обмывают стенки стакана 15-20 см^3 горячей дистиллированной воды, растворяют соли, дают осесть кремниевой кислоте и отфильтровывают ее осадок через обеззоленный фильтр «белая лента». Фильтрование протекает быстро. Осадок промывают сначала горячей дистиллированной водой (t=50°С), подкисленной соляной кислотой, а затем горячей водой до отрицательной реакции на наличие хлорид-ионов. Для проверки на часовое стекло помещают 2-3 капли фильтрата и добавляют 1 каплю раствора серебра азотнокислого (по п. 8.1.5). При появлении мути промывание осадка продолжают до её исчезновения.

Фильтр с осадком кремнекислоты переносят в платиновый тигель, подготовленный по п. 8.3. Тигель ставят на асбест на электрическую плитку и подсушивают фильтр. Затем тигель помещают в муфельную печь и, постепенно повышая температуру, озоляют осадок. Прокаливают до постоянной массы при возможно более высокой температуре (не ниже 900^{0}С) и хорошем доступе кислорода во избежание образования черного осадка карбида кремния.

Полученный в результате прокаливания остаток должен быть снежно-белым и неоплавленным. Оплавленные комки указывают на недостаточное промывание осадка кремниевой кислоты. При неполном удалении солей щелочных металлов при промывке кремниевой кислоты, осадок имеет сероватый цвет, так как соли защищают углерод фильтра от полного сгорания.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Определяют массу диоксида кремния $(A_1 - A_2)=A$ по разности массы тигля с остатком (A_1) и пустого тигля (A_2).

Массовую долю диоксида кремния X (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot A}{B} * 0,1 \qquad (5)$$

где A – найденное количество диоксида кремния, мг;

B – навеска образца, взятая для анализа, г;

K – коэффициент пересчета на абсолютно-сухую пробу (3).

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

11.1 $X \pm \Delta$, P=0,95, где

X – единичный результат измерения, %;

Δ - показатель точности методики, %.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

11.2 $X_{ср} \pm \Delta_x$, P=0,95, где

$X_{ср}$ – среднее (среднее арифметическое или медиана) результатов параллельных определений, %;

Δ_x - показатель точности методики, %.

Значение Δ_x рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta_x \cdot X$. Значение δ_x приведено в таблице 1.

11.3 Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$X \pm \Delta_л$, P=0,95, где

X – результат измерения, полученный в точном соответствии с прописью методики [единичный результат или среднее (среднее арифметическое или медиана) результатов параллельных определений];

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории для единичного результата или среднего арифметического параллельных определений, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание.

При представлении результата измерения в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

– способ определения результата измерения (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

12 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

За результат измерений $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (6)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср}, \qquad (7)$$

где r *- предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.*

При невыполнении условия (7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

12.2 При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 2 - Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений при вероятности P=0,95

Диапазон измерений (массовая доля), %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 5 до 20 вкл.	31	41
Св. 20 до 97 вкл.	22	32

12.3 Расхождение между средними арифметическими результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать критической разности. При выполнении этого условия приемлемы оба результата и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее арифметическое значение. Значения критической разности приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Значения критической разности при вероятности Р=0,95

Диапазон измерений (массовая доля), %	Критическая разность[3] (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$, %
От 5 до 20 вкл.	36
Св. 20 до 97 вкл.	28
Примечание - n_1 - количество результатов параллельных определений, полученных в первой лаборатории; n_2 - количество результатов параллельных определений, полученных во второй лаборатории.	

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода варьирования навески

Образцами для контроля являются рабочие пробы.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| X' - X \right|, \qquad (8)$$

[3] Соответствует пределу воспроизводимости по РМГ 61-2003

где X' – результат анализа в рабочей пробе, %;

X – результат анализа в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески, %.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X'}^2 + \Delta_{л,X}^2}, \qquad (9)$$

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - установленные в лаборатории при реализации методики значения характеристики погрешности результатов измерений массовой доли диоксида кремния в исходной (рабочей) пробе и в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески, соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

003230

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.03.01.13 / 2010

Методика выполнения измерений массовой доли диоксида кремния в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, отходов производства и потребления гравиметрическим методом,

(наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений)

разработанная ФГУ «ФЦАО» (г. Москва), Филиал «ЦЛАТИ по Пермскому краю» ФГУ «ЦЛАТИ по Приволжскому ФО»,

(наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ)

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов

(вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ)

по разработке методики выполнения измерений

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией Ю.Г. Третьяк

Дата выдачи: 04.02.2010 г.

Срок действия: – –

МП

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
тел.: (343) 350-26-18, факс (343) 350-20-39. E-mail: gost.e-ecolog.ru

ЕТРОН

Приложение к свидетельству № 223.1.03.01.13 / 2010

об аттестации методики выполнения измерений

массовой доли диоксида кремния в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, отходов производства и потребления гравиметрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, (массовая доля), %	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=1), σ_R, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=2), $\sigma_{R\,\bar{x}}$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=1), $\pm\delta$, %	Показатель точности[2] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2), $\pm\delta_{\bar{x}}$, %
От 5 до 20 включ.	11	14,5	13	29	26
Св. 20 до 97 включ.	8	11,5	10	23	20

Примечание – n - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критической разности при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, (массовая доля), %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %	Критическая разность[3] (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$, %
От 5 до 20 включ.	31	41	36
Св. 20 до 97 включ.	22	32	28

Примечание - n_1 - количество результатов параллельных определений, полученных в первой лаборатории; n_2 - количество результатов параллельных определений, полученных во второй лаборатории.

3 Контроль стабильности результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости и промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, организуют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и РМГ 76-2004. Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

Старший научный сотрудник лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ» Кочергина О.В.Кочергина

---

[1] ...ет относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

[2] Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

[3] Соответствует пределу воспроизводимости по РМГ 61-2003

gost.e-ecolog.ru