ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного



И.Л.Феофанов

2010 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРОБАХ ПОЧВ, ГРУНТОВ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ, ИЛОВ, ОСАДКОВ СТОЧНЫХ ВОД, ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.1:2:2.2:2.3:3.64-10
(ФР 1.31.2010.07598)

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»).

Директор ФГУ «ФЦАО»  И.Л.Феофанов

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой доли нефтепродуктов в пробах почв, грунтов, донных отложений, осадков сточных вод, отходов производства и потребления гравиметрическим методом.

Диапазоны определяемых концентраций представлены в таблице 1.

На точность проводимых измерений может оказывать влияние неоднородность отобранной пробы. Для устранения этого фактора необходимо строго соблюдать требования п.8.1.

2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Определение массовой доли нефтепродуктов основано на их экстракции из образца воздушно-сухой пробы хлороформом, отделении от полярных соединений методом колоночной хроматографии после замены растворителя на гексан и количественном определении гравиметрическим методом.

3 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 лабораторий 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	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), $\pm\delta_{X_{n=2}}$, %
Почвы, грунты, донные отложения, илы, осадки сточных вод (млн$^{-1}$, массовая доля)					
От 20 до 100 вкл.	17	20	19	40	38
Св. 100 до 50000 вкл.	11,5	15	13,5	30	27
Отходы (%, массовая доля)					
От 0,02 до 1 вкл.	18	22,5	21	45	42
Св. 1 до 100 вкл.	13	17,5	16	35	32
Примечание – n - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений					

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1 Средства измерений вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Весы лабораторные аналитические типа ВЛР-200	ГОСТ 24104-2001
Гири	ГОСТ 7328-2001
Термометр лабораторный шкальный	ГОСТ 28498-90
Пипетки градуированные вместимостью 5 см^3	ГОСТ 29227-91

Муфельная печь любого типа, обеспечивающая температурный режим от 150 до 600°С

[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.

Стаканы химические ТС вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Колонка хроматографическая стеклянная (внутренний диаметр 10 мм)	
Фарфоровая ступка с пестиком	ГОСТ 9147-80
Сито с размером отверстий 1 мм	
Емкость для отбора и хранения проб вместимостью 500-2000 $см^3$	ТУ 46-22-606-75
Баня водяная	ГОСТ 25336-82
Эксикатор	ГОСТ 25336-82
Холодильник Либиха	ГОСТ 25336-82
Бюксы	ГОСТ 25336-82
Колбы конические 1-150-2, 1-250-2	

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.

4.2 Реактивы и материалы

Гексан, х.ч.	ТУ 6-09-3375-78
Хлороформ, х.ч. или чда.	ГОСТ 20015-88
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Алюминий оксид II степени активности по Брокману	ТУ 6-09-3916-75
Стеклянная вата или стекловолокно	ГОСТ 10727-74
Фильтры обеззоленные «красная лента»	ТУ 6-09-1678-86

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.

5 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

5.1 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.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ 12.1.019-79.

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

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы при выполнении процедур контроля погрешности.

7 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

– атмосферное давление, кПа (мм рт.ст)	97,3 – 104,6 (730 – 780);
– температура воздуха, °С	(20±5);
– относительная влажность воздуха, %	не более 80 при t=25°С;
– напряжение питания электросети, В	220 ± 22;
– частота переменного тока, Гц	50 ± 1.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.4.02-84 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность», ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3.2-2003 «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» или другими нормативными документами, утвержденными 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.

8.2 Подготовка проб к анализу

Для анализа объединенную пробу составляют путем смешивания не менее чем пяти точечных проб, взятых с одной пробной площадки.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 1 кг.

Отобранные пробы донных отложений и грунтов оставляют стоять до полного осветления жидкости. Оставшуюся жидкость удаляют сифонированием.

Пробы высушивают при комнатной температуре до воздушно-сухого состояния. Затем рассыпают на бумаге и пинцетом удаляют механические включения, измельчают с помощью лабораторного гомогенизатора или в фарфоровой ступке. Просеивают через сито с диаметром ячейки 1 мм. Пробу квартуют и отбирают навески для анализа.

8.3 Приготовление оксида алюминия II степени активности по Брокману

Перед использованием оксид алюминия прокаливают при температуре 600°С в течение 4 часов в муфельной печи, охлаждают в эксикаторе, после чего добавляют дистиллированную воду в количестве 3 % от массы сорбента, интенсивно перемешивают в течение 30 минут в сосуде с пришлифованной пробкой и выдерживают перед применением в течение суток. Срок хранения в банке с пришлифованной пробкой 6 месяцев.

8.4 Подготовка хроматографической колонки

Непосредственно перед выполнением анализа необходимо подготовить хроматографическую колонку, представляющую собой стеклянную трубку высотой 12-15 см, диаметром 1 см с оттянутым нижним концом до диаметра, равного 1-2 мм. В качестве готовой колонки можно использовать пипетку указанных размеров.

В нижнюю часть колонки помещают слой стеклянной ваты или стекловолокна толщиной 1 см, затем колонку заполняют оксидом алюминия, приготовленным по п. 8.3, слоем 2-8 см и покрывают слоем стеклянной ваты или стекловолокна. Оксид алюминия в колонке используют однократно. Приготовленную колонку устанавливают в штативе, а её содержимое с помощью пипетки смачивают 3-5 $см^3$ гексана.

Под носик колонки ставят взвешенный на аналитических весах пустой стаканчик ёмкостью 50 $см^3$. В таком виде колонка считается готовой к работе.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Масса высушенных образцов проб должна находиться в пределах 30,0–100,0 г при содержании нефтепродуктов от 20 до 50000 $млн^{-1}$ (при

анализе почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод) и от 3,0-10 г при содержании нефтепродуктов от 0,02 до 100 % (при анализе отходов).

Навеску помещают в колбу вместимостью 150 $см^3$, смачивают хлороформом до влажного состояния. Затем несколько раз проводят экстракцию путём добавления 10-15 $см^3$ хлороформа до получения в последней порции бесцветного экстракта. Время проведения каждой экстракции – 5-10 минут.

Экстракты фильтруют в коническую колбу через фильтр «красная лента». Остаток в колбе, где проводилась экстракция, промывают 5 $см^3$ хлороформа.

Объединенный хлороформный экстракт выпаривают в вытяжном шкафу на водяной бане или удаляют хлороформ методом отгонки. С этой целью экстракт помещают в колбу вместимостью 250 $см^3$, которая соединяется с холодильником, и ставят её на водяную баню для выпаривания. Когда в колбе останется 10-15 $см^3$ жидкости, отгонку прекращают. Содержимое колбы сливают в стаканчик вместимостью 50 $см^3$, колбу дважды ополаскивают хлороформом по 10 $см^3$. Эти две порции хлороформа сливают в тот же стаканчик, который помещают в вытяжной шкаф для испарения.

Оставшийся в стаканчике после испарения хлороформа осадок растворяют в 5-10 $см^3$ гексана. Полученный раствор пропускают через хроматографическую колонку, приготовленную по п.8.4, для избавления от полярных соединений.

После того, как над оксидом алюминия останется слой раствора 1 – 2 см, колонку промывают 2-3 порциями гексана (по 2-3 $см^3$), предварительно ополоснув им стаканчик.

Прошедший через слой алюминия раствор собирают в заранее взвешенный и доведенный до постоянного веса стаканчик.

Гексан испаряют в токе воздуха при комнатной температуре. После полного удаления гексана стаканчик взвешивают на аналитических весах, выдерживают в течение получаса в лаборатории и повторно взвешивают. Взвешивание повторяют до достижения постоянной массы.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Определяют массу нефтепродуктов $(A_1 - A_2)=A$ по разности массы стаканчика с остатком (A_1) и пустого стаканчика (A_2).

10.1 Содержание нефтепродуктов (X, млн$^{-1}$) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{B} * 1000,$$

где A - найденное количество нефтепродуктов, мг;

B – навеска образца, взятая для анализа, г;

10.2 Содержание нефтепродуктов (X, %) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{B} * 0,1 ,$$

где A – найденное количество нефтепродуктов, мг;

B – навеска образца, взятая для анализа, г;

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, млн$^{-1}$ (%);

Δ - показатель точности методики, млн$^{-1}$ (%).

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, млн$^{-1}$ (%);

Δ_x - показатель точности методики, млн$^{-1}$ (%).

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 анализа, 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 анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (1)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$| X_1 - X_2 | \leq 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср}, \qquad (2)$$

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

При невыполнении условия (2) 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.

Таблица 2 - Значения предела повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
Почвы, грунты, донные отложения, илы, осадки сточных вод (млн$^{-1}$, массовая доля)		
От 20 до 100 вкл.	48	56
Св. 100 до 50000 вкл.	32	42
Отходы (%, массовая доля)		
От 0,02 до 1 вкл.	50	63
Св. 1 до 100 вкл.	36	49

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

12.3 Расхождение между средними арифметическими результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать критической разности. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, 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 P=0,95

Диапазон измерений	Критическая разность[3] (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$, %
Почвы, грунты, донные отложения, илы, осадки сточных вод (млн$^{-1}$, массовая доля)	
От 20 до 100 вкл.	53
Св. 100 до 50000 вкл.	38
Отходы (%, массовая доля)	
От 0,02 до 1 вкл.	59
Св. 1 до 100 вкл.	45
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 АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль процедуры анализа (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 анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

[3] Соответствует пределу воспроизводимости по РМГ 61-2003

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | C_{ср} - C | \qquad (3)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой доли нефтепродуктов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (2), млн$^{-1}$, %;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля $К$ рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (4)$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (5)$$

При невыполнении условия (5) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Хлороформную вытяжку, приготовленную по п.9, делят на две равные части. К одной из них делают добавку нефтепродуктов. Величина добавки должна составлять 50 - 150 % от содержания нефтепродуктов в исходной пробе. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы X, и рабочей пробы с добавкой - X'.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|, \qquad (6)$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой доли нефтепродуктов в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (2), млн$^{-1}$, %;

$X_{ср}$ – результат анализа массовой доли нефтепродуктов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (2) раздела млн$^{-1}$, %.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (7)$$

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации никеля в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (8)$$

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8) 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.

003231

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.03.01.14 / 2010

Методика выполнения измерений массовой доли нефтепродуктов в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, отходов производства и потребления гравиметрическим методом,

(наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений)

разработанная ФГУ «ФЦАО» (г. Москва),

(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 Медведевских

Зав. лабораторией Гаринеев

Дата выдачи: 04.02.2010 г.

Срок действия: – –

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

МЕТРОН

Приложение к свидетельству № 223.1.03.01.14 / 2010
об аттестации методики выполнения измерений
массовой доли нефтепродуктов в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, отходов производства и потребления гравиметрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений	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), ± δ,%	Показатель точности[2] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2), $\pm\delta_{\bar{X}}$,%
Почвы, грунты, донные отложения, илы, осадки сточных вод (млн$^{-1}$, массовая доля)					
От 20 до 100 включ.	17	20	19	40	38
Св. 100 до 50000 включ.	11,5	15	13,5	30	27
Отходы (%, массовая доля)					
От 0,02 до 1 включ.	18	22,5	21	45	42
Св. 1 до 100 включ.	13	17,5	16	35	32

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 $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$, %
Почвы, грунты, донные отложения, илы, осадки сточных вод (млн$^{-1}$, массовая доля)			
От 20 до 100 включ.	48	56	53
Св. 100 до 50000 включ.	32	42	38
Отходы (%, массовая доля)			
От 0,02 до 1 включ.	50	63	59
Св. 1 до 100 включ.	36	49	45

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 Кочергина О.В.Кочергина

[1] Соответствует 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