ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»
_____ К.А. Сапрыкин
«23» июля 2008 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ФОРМ СУЛЬФАТ-ИОНОВ В ПОЧВАХ, ИЛАХ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ, ОТХОДАХ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.1:2:2.2:3.53-08

(ФР.1.31.2009.05755)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2008 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»).

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО» М.Ю.Гавриков



Разработчик:
Воронежский филиал ФГУ «Центр лабораторного анализа и технических измерений по Центральному федеральному округу»
Адрес: 394049, г. Воронеж, Рабочий проспект, 101-б
Телефон: (4732) 39 67 32.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб почв, грунтов, илов, донных отложений, отходов производства и потребления для определения в них водорастворимых форм сульфат-ионов при массовой доле от 20.0 до 1000 мг/кг гравиметрическим методом.

Если массовая доля сульфат-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление вытяжки таким образом, чтобы массовая доля сульфат-ионов соответствовала регламентированному диапазону.

Определению мешает присутствие больших количеств кальция, железа (III), нитрат-ионов. Для разложения карбонатов образцы карбонатных почв нагревают до 900°С.

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Определение основано на осаждении сульфат-ионов раствором хлорида бария в солянокислом растворе с последующим определением сульфата бария 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 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 методики

Диапазон измерений (массовая доля), мг/кг	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости), σ_R, %
от 20 до 100 вкл.	20	7	10
св.100 до 1000 вкл.	15	5	7,5

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

- Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.
- Гири по ГОСТ 7328-2001.
- Шкаф сушильный с регулятором температуры с погрешностью ±1°С.
- Печь муфельная любого типа, обеспечивающая температурный режим от 700 до 900 °С.
- Баня водяная любого типа.
- Электроплитка с регулятором нагрева и закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.
- Колбы мерные, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91.
- Пипетки с одной отметкой вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29169-91.
- Цилиндры или мензурки, 1(3)-50, 1(3)-100, 1(3)-250 по ГОСТ 1770-74.
- Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона с погрешностью аттестованного значения не более 1% при P=0,95, ГСО 6693-93.

- Стаканы химические В-1-100, В-1-250, В-1-500 по ГОСТ 25336-82.
- Колбы конические по ГОСТ 25336-82.
- Колбы круглодонные вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336-82.
- Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82.
- Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.
- Тигли фарфоровые диаметром 25-35 мм по ГОСТ 9147-80.
- Стеклянные палочки.
- Часовые стекла диаметром 7-10 мм.
- Капельницы по ГОСТ 25336-82.
- Эксикатор по ГОСТ 25336-82.
- Фильтры мембранные «Владипор МФА-МА». С. 44 мкм по ТУ 6-05-1903.
- Фильтр обеззоленный «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.
- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

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

3.2 Реактивы

- Барий хлористый дигидрат по ГОСТ 4108-72.
- Кислота хлористоводородная (соляная) по ГОСТ 3118-77.
- Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75.
- Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.
- Метиловый красный, индикатор.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.
- Кальций хлористый безводный по ТУ 6-09-4711-81 (для эксикатора).
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Вода бидистиллированная по ТУ 6-09-2502-77.

Все реактивы должны иметь квалификацию "хч" или "чда".

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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 12.0.004-90.

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.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может проводить химик-аналитик, владеющий техникой анализа, освоивший методику выполнения измерений и уложившийся в нормативы контроля точности.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

Температура окружающего воздуха	(20 ± 5)°С.
Атмосферное давление	(84-106) кПа.
Относительная влажность не более 80 % при температуре 25°С.	
Напряжение в 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 12.1:2:2.2:2.3.2-2003 «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, 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 растворов

8.1.1 Приготовление 10% раствора бария хлористого

На аналитических весах взвешивают 12 г бария хлористого дигидрата, растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды и фильтруют через фильтр синяя лента. Срок хранения 6 месяцев.

8.1.2 Приготовление растворов соляной кислоты

Соляную кислоту разбавляют дистиллированной водой в соотношении (1:3) и (1:100), осторожно приливая кислоту в воду.

Срок хранения 6 месяцев.

8.1.3 Приготовление 0,2% раствора метилового красного

Навеску 0,1 г метилового красного растворяют в 50 $см^3$ 60% раствора этилового спирта. Раствор хранят в склянке из темного 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 той же массы, 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:

$$K = \frac{100}{100 + g_{ср}} \ , \quad \text{где} \qquad (3)$$

$g_{ср.}$- содержание гигроскопической влаги, %.

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

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

где К – коэффициент пересчета (формула 3).

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Пробу анализируют в свежем состоянии. Помещают 100 г пробы в круглодонную колбу вместимостью 1000 $см^3$, приливают 500 $см^3$ бидистиллированной воды, закрывают пробкой и взбалтывают в течении 3 мин. Вытяжку фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Для определения сульфат-ионов следует брать такое количество вытяжки, чтобы масса осадка сульфата бария была не больше 200 мг и не меньше 20 мг. Объем вытяжки доводят дистиллированной водой до 40 - 50 $см^3$. Раствор подкисляют соляной кислотой (1:3) до появления розовой окраски по метиленовому красному.

Переносят 5- 50 $см^3$ фильтрата в химический стакан, подкисляют 10% раствором хлористоводородной кислоты до розовой окраски по метиловому красному.

Избытка хлористоводородной кислоты следует избегать, так как растворимость сульфата бария в сильнокислом растворе значительно увеличивается.

Для определения сульфат-ионов следует брать такое количество вытяжки, чтобы вес осадка сульфата бария был не больше 200 мг и не меньше 20 мг.

При наличии в вытяжке органических веществ (проба окрашена в темный цвет) ее выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. Прокаливают в муфельной печи при температуре 700°С в течение 2 ч, затем охлаждают, добавляют 1 $см^3$ соляной кислоты (1:3) и выпаривают досуха на водяной бане. При нагревании растворяют остаток в соляной кислоте(1:100), фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента» и доводят объем фильтрата дистиллированной водой до 40 - 50 $см^3$.

Раствор нагревают до кипения и приливают к нему по каплям 10 $см^3$ горячего 10% раствора хлорида бария, тщательно размешивая раствор палочкой после добавления каждой капли.

Колбу закрывают часовым стеклом и кипятят 10 мин. Затем колбу ставят на кипящую водяную баню на 2 часа для отстаивания осадка и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Предварительно в воронку с фильтром наливают доверху горячей бидистиллированной воды, чтобы уменьшить поры фильтра. Если в фильтрате появится осадок сульфата бария, то фильтрат снова фильтруют через тот же фильтр.

Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, до прекращения реакции на барий.

Фильтр с осадком подсушивают на воронке, помещают в тигель, доведенный до постоянной массы, и ставят в холодную муфельную печь, постепенно поднимая температуру до 750°С. При этой температуре пробу выдерживают в течение 30 - 60 мин. Пробу доводят до постоянной массы и по разности весов тигля с пробой и пустого тигля вычисляют вес сульфата бария.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание сульфат-ионов (мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m \cdot 0{,}137}{m_{абс\,сух.}}, \qquad (5)$$

где m – масса сульфата бария, мг;

$m_{абс\ сух.}$- навеска анализируемой пробы, рассчитанная по формуле (4), кг ;

0,137 – коэффициент пересчета сульфата бария в серу.

При расчете учитывается степень разбавления.

Полученные результаты содержания сульфатов могут быть пересчитаны на различные формы серы (таблица 2).

Таблица 2

1 мг	H_2S, мг	S, мг	SO_3^{2-}, мг	SO_4^{2-},мг
H_2S	1,0	0,945	2,349	2,819
S	1,063	1,0	2,497	2,995
SO_3^{2-}	0,427	0,400	1,0	1,20
SO_4^{2-}	0,357	0,334	0,833	1,0

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

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

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

X – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории 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 анализа (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 3.

При невыполнении условия (7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений, и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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 двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 3.

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

Таблица 3 - Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений при вероятности P=0,95

Диапазон измерений (массовая доля), мг/кг	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 20,0 до 100 вкл.	19	28
св.100 до 1000 вкл.	14	21

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА 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 анализа с использованием метода добавок

Контроль погрешности выполняют в одной серии с КХА рабочих проб. Образцами для контроля являются реальные пробы почв, грунтов, илов, донных отложений, отходов.

Отбирают вдвое большее количество аналитической пробы, чем это необходимо для выполнения анализа. Первую половину (2 навески) анализируют в точном соответствии с прописью МВИ и получают результат ис-

ходной рабочей пробы (Х). Оставшиеся две навески анализируют в соответствии с прописью МВИ, в вытяжку анализируемой пробы делают добавку (С) и получают результат анализа рабочей пробы с добавкой (Х').

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$К_к = | X' - X - C_л | \qquad (8)$$

где X' – результат анализа в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) п.12.1, мг/кг;

$X_{ср}$ – результат анализа в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) п.12.1, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

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

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой доле сульфат-ионов 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: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$К_к \le К \qquad (10)$$

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

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода варьирования навески

Образцами для контроля являются реальные пробы почв, грунтов, илов, донных отложений, отходов.

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | X' - X |, \qquad (11)$$

где X' - результат анализа в рабочей пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) п.12.1, мг/кг;

X – результат анализа в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) п.12.1, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X'}^2 + \Delta_{л,X}^2}, \qquad (12)$$

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - установленные в лаборатории при реализации методики значения характеристики погрешности результатов измерений массовой доли сульфат-ионов 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:

$$K_к \le K \qquad (13)$$

При невыполнении условия (13) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению

13.3 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.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | C_{ср} - C | \qquad (14)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) п.12.1;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (15)$$

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

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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:

$$K_к \leq K \qquad (16)$$

При невыполнении условия (16) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (16) 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.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.03.01.42/2008

Методика выполнения измерений массовой доли сульфат-ионов в почвах, илах, донных отложениях, отходах производства и потребления гравиметрическим методом,

наименование измеряемой величины, объекта и метода измерений

разработанная Воронежским филиалом ФГУ «ЦЛАТИ по ЦФО» (г. Воронеж),

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

по разработке методики выполнения измерений

теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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 И.Г. Герентьев

Дата выдачи: 09.07.2008

Срок действия:

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

Приложение к свидетельству № 223.1.03.01.42/2008
об аттестации методики выполнения измерений массовой доли сульфат-ионов в почвах, илах, донных отложениях, отходах производства и потребления гравиметрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений (массовая доля), мг/кг	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ± δ,%
От 20 до 100 включ.	7	10	20
св. 100 до 1000 включ.	5	7,5	15

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений (массовая доля), мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 20 до 100 включ.	19	28
св. 100 до 1000 включ.	14	21

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

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

* Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

gost.e-ecolog.ru