МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков

2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВАЛОВОГО СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ В ПОЧВАХ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ, ГРУНТАХ ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 16.1:2:2.2.37-02

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2002 г.
(издание 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений валового содержания серы в почвах, грунтах и донных отложениях турбидиметрическим методом.

Диапазон измерения массовой концентрации серы от 20 до 5000 мг/кг.

Если концентрация серы в пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление минерализата. Процедура разбавления не должна оказывать влияние на метрологические характеристики методики.

Мешающее влияние карбонатов и гидрокарбонатов устраняют с помощью соляной кислоты в ходе анализа (соляная кислота входит в состав осадительной смеси).

1 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на извлечении и переводе в сульфаты содержащейся в грунте серы путем озоления её смесью азотной и хлорной кислот, осаждении сульфатов хлористым барием и турбидиметрическим определением их в виде взвеси сульфата бария при длине волны 490 нм. В качестве стабилизатора взвеси используют глицерин.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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.

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

Таблица 1 – Диапазоны измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики

Диапазоны измерений, 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 50 вкл.	18	23	50
Св. 50 до 100 вкл.	15	21	45
Св. 100 до 200 вкл.	12	14	30
Св. 200 до 500 вкл.	9	10	20
Св. 500 до 1000 вкл.	6	8	16
Св.1000 до 5000 вкл.	4	6	12

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 490 нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 30 мм

Весы лабораторные, например, ВЛР-200 ГОСТ 24104-2001

Гири. Общие технические условия ГОСТ 7328-2001

Шприц-дозатор для отбора 15 $см^3$ минерализатора с погрешностью дозирования не более 1%

Дозатор для приливания 15 $см^3$ осаждающего раствора с погрешностью дозирования не более 1%

Или пипетки с одной отметкой вместимостью 15 $см^3$ ГОСТ 29169-91

Колбы мерные 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные вместимость 100, 500 $см^3$ ГОСТ 1770-74

Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона с массовой концентрацией 10 мг/$см^3$ и погрешностью аттестованного значения не более 1% ГСО 7253-96

3.2 Вспомогательные устройства и оборудование

Плитка электрическая с регулятором температуры и закрытой спиралью	ГОСТ 14919-83
Песчаная баня	
Сушильный шкаф (до 200°С)	ТУ 50-239-84
Колбы конические Кн –1–200	ГОСТ 25336-82
Металлические стаканы высотой 8 см и внутренним диаметром 2,3 см	
Пробирки термостойкие вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Пробирки толстостенные с взаимозаменяемым конусом вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Чашки фарфоровые	ГОСТ 9147-80
Эксикатор	ГОСТ 25336-82
Штатив для пробирок	
Сито с отверстиями диаметром 1 мм	ГОСТ 6614-86

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы и материалы

Кислота азотная х.ч.	ГОСТ 4461-77
Кислота хлорная, 57 % раствор, х.ч.	ТУ 6-09-2878-73
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118-77
Кислота борная, х.ч.	ГОСТ 9656-75
Натрий сернокислый безводный, х.ч.	ГОСТ 4166-76
Натрия гидроксид, ч.д.а.	ГОСТ 4328-77
Барий хлористый 2-водный, х.ч. или ч.д.а.	ГОСТ 4108-72
Глицерин, ч.д.а.	ГОСТ 6259-75
Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б), ч.д.а.	ГОСТ 10652-73
Фенолфталеин	ГОСТ 5850-72
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ12.1.019-79.

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

4.4 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоэлектроколориметра.

6 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

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

- атмосферное давление от 97,3 до 104,6 кПа;
- температура воздуха от 20 до 30°С;
- относительная влажность воздуха не более 80 % при t = 25°С
- напряжение питания электросети (220 ± 22) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7 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 их загрязнения» или другими нормативными документами, утвержденными и применяемыми в установленном порядке.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление осаждающего раствора

Взвешивают 20 г хлористого бария, 10 г борной кислоты с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают примерно 300 $см^3$ дистиллированной воды и 40 $см^3$ соляной кислоты (ρ=1,19). После полного растворения хлористого бария доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовленный раствор смешивают с глицерином в соотношении (1:1).

Срок хранения в холодильнике не более 3-х месяцев.

8.2.2 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 10%

Навеску 10 г гидроксида натрия помещают в коническую колбу и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Срок хранения 2 месяца.

8.2.3 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 0,5%

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 50 $см^3$ раствора гидроксида натрия с массовой долей 10 % и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Используют свежеприготовленный раствор.

8.2.4 Приготовление моющего щелочного раствора трилона Б

Взвешивают 30 г трилона Б с погрешностью не более 0,1 г и растворяют в 1000 $см^3$ 0,5 %-го раствора гидроксида натрия.

8.2.5 Приготовление рабочего градуировочного раствора с содержанием серы 0,1 мг/см^3

Раствор готовят из ГСО с аттестованным содержанием сульфатионов в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

Срок хранения в холодильнике не более 3-х месяцев.

При отсутствии ГСО допускается приготовление рабочего градуировочного раствора из соли сульфата натрия.

0,443 г сульфата натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 100-105°С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем в мерной колбе до 1000 см^3.

Приготовленный раствор тщательно перемешивают и хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

8.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией серы от 1,0 до 12 мг/дм^3.

В мерные колбы вместимостью 500 см^3 помещают указанные в таблице 2 объемы раствора, приготовленного по п. 8.2.5. Объёмы растворов доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п. 6 и 9.2.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Характеристика раствора	Номер градуировочного раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объём раствора, приготовленного по п. 8.2.5, см^3	0	5	10	20	30	40	50	60
Концентрация серы в градуировочных растворах, мг/дм^3	0	1	2	4	6	8	10	12
Концентрация серы в градуировочных растворах в пересчёте на 100 см^3 минерализата, мг	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2

Анализ градуировочных образцов проводят в порядке возрастания их концентрации. Каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усредненных данных.

По результатам фотометрирования растворов строят или градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию серы в пересчете на 100 $см^3$ минерализата (мг S), а по оси ординат – значения оптической плотности, или рассчитывают уравнение по методу «наименьших квадратов».

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал или при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \le 0{,}01 \cdot K_{гр} \cdot C ,$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации серы в образце для градуировки, мг/$дм^3$;

C – аттестованное значение массовой концентрации серы в образце для градуировки, мг/$дм^3$;

$K_{гр}$ – градуировочный коэффициент ($K_{гр}$ = 15%)

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

8.5 Определение влажности пробы

8.5.1 Подготовка фарфоровых чашек.

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

8.5.2 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.8.5.1) 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:

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

$g_{ср}$ - 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

9.1 Озоление пробы грунта

Пробы донных отложений, почвы или грунта, измельчённого и просеянного через сито с отверстиями диаметром 1мм массой 0,2 г, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, помещают в пробирки для мокрого озоления, добавляют к пробам по 1 $см^3$ хлорной и азотной кислоты и ставят пробирки в металлические стаканы для озоления. Стаканы помещают в песчаную баню в вертикальном положении в слой песка толщиной 7 см.

Одновременно ставят холостой опыт, проводя его через все стадии анализа, исключая взятие проб грунта.

Возможно также использование установки для озоления, входящей в набор «Копла».

При озолении сначала идёт выделение бурых паров оксидов азота, затем белых паров хлорной кислоты. Для полного удаления следов азотной кислоты пробирки охлаждают и добавляют по 0,5-1,0 $см^3$ соляной кислоты (ρ=1,19), после чего возобновляют процесс озоления. Озоление прекращают, когда раствор в пробирке станет бесцветным. Продолжительность процесса озоления 2,5-3 часа. После охлаждения минерализата стенки пробирок обмывают небольшим количеством дистиллированной воды и переносят содержимое пробирок в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$.

Содержимое нейтрализуют 10%-ым раствором гидроксида натрия по фенолфталеину и доводят до метки дистиллированной водой. Полученный минерализат используют для определения серы.

9.2 Турбидиметрическое определение серы

Из минерализатов, приготовленных по п.9.1 (включая «холостую пробу»), отбирают шприцем-дозатором по 15 $см^3$ и помещают в пробирки вместимостью 50 $см^3$. Приливают к ним с помощью дозатора или пипетки 15 $см^3$ осаждающего раствора. Содержимое пробирок хорошо перемешивают после каждой дозации, выдерживают 10 минут и фотометрируют в кювете с толщиной оптического слоя 30 мм относительно дистиллированной воды при длине волны 490 нм. Значение оптической плотности «холостой пробы» вычитают из значения оптической плотности аналитической пробы.

Перед переносом содержимого пробирок в кювету взвесь необходимо взболтать.

Посуду для анализа (кюветы фотоколориметра и пробирки, в которых проводят осаждение серы), необходимо мыть щелочным раствором трилона Б (п.8.2.4), предварительно замочив их в моющем растворе на 1 час.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю серы (мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(C - C_o) * 1000}{m}, \quad \text{где} \qquad (5)$$

C – содержание серы в 100 $см^3$ раствора минерализата, найденное по градуировочному графику, мг;

C_o – содержание серы в 100 $см^3$ раствора холостого опыта, мг;

m – навеска пробы, взятой для анализа, г.

Степень округления конечного результата измерения до 0,1 мг/кг.

Если минерализат был дополнительно разбавлен, результат анализа умножают на кратность разбавления.

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

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

для которых выполняется следующее условие:

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

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 5725-6-2002.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Значения предела повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	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 50 вкл.	50	64
Св. 50 до 100 вкл.	42	59
Св. 100 до 200 вкл.	34	39
Св. 200 до 500 вкл.	25	28
Св. 500 до 1000 вкл.	17	22
Св.1000 до 5000 вкл.	11	17

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

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа X (мг/кг) 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: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа 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 точном соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа 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 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).

12.1 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 и донных отложений.

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 исходной рабочей пробы (X). Оставшиеся две навески анализируют в соответствии *с п.9.1 методики* и в минерализат анализируемой пробы делают добавку (С) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа 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

$$K_к = | X' - X - C_д | \qquad (8)$$

где X' – результат анализа в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 10, мг/кг;

$X_{ср}$ – результат анализа в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 10, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

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

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой доле серы 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:

$$K_к \leq K \qquad (10)$$

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

12.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода варьирования навески

Образцами для контроля являются рабочие пробы почв, грунтов и донных отложений.

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) раздела 10, мг/кг;

X – результат анализа в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески– среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 10, 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 концентрации серы 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:

$$K_к \leq K \qquad (13)$$

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

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

№ 223.1.03.05.428/2006

Методика выполнения измерений валового содержания серы в почвах, донных отложениях, грунтях турбидиметрическим методом,

наименование измеряемой величины; объекта

и метода измерений

разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» ,

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, 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.

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

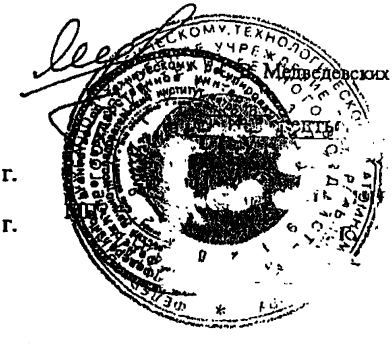
Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе Медведевских

Зав.лабораторией

Дата выдачи: 15.12.2006 г.

Срок действия: 15.12.2011 г.



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

Приложение к свидетельству № 223.1.03.05.428/2006
об аттестации методики выполнения измерений
валового содержания серы в почвах, грунтах и донных
отложениях турбидиметрическим методом

1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, 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 50 вкл.	18	23	50
Св. 50 до 100 вкл.	15	21	45
Св.100 до 200 вкл.	12	14	30
Св. 200 до 500 вкл.	9	10	20
Св. 500 до 1000 вкл.	6	8	16
Св. 1000 до 5000 вкл.	4	6	12

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

Диапазон измерений, 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 50 вкл.	50	64
Св. 50 до 100 вкл.	42	59
Св.100 до 200 вкл.	34	39
Св. 200 до 500 вкл.	25	28
Св. 500 до 1000 вкл.	17	22
Св. 1000 до 5000 вкл.	11	17

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 Кочергина О.В. Кочергина

3

ФГУП «УНИИМ»

gost.e-ecolog.ru