

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

«Тайфун»

Суряжский

07-01



### Лист утверждения

**Изменение № 1 РД 52.18.286-91 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли водорастворимых металлов (меди, свинца, цинка, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы атомно-абсорбционным анализом.**

Свидетельство о метрологической аттестации № 6- 1996

Начальник ЦММ НПО «Тайфун»

А.Ф.Ковалев

Конструктор ЦММ

В.А.Красковская

## ИЗМЕНЕНИЕ № 1

РД 52.18.286-91 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли водорастворимых металлов (меди, свинца, цинка, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы атомно-абсорбционным анализом.

Утверждено и введено в действие Генеральным директором «Научно- производственного объединения «Тайфун»

Дата введения 1996-07-01

1 Руководящий документ дополнить разделом 1а

### 1а НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика выполнения измерений обеспечивает выполнение измерений с погрешностью в соответствии с таблицей 1а

Таблица 1а

Наименование определяемого металла	ГДК, млн <sup>-1</sup>	Диапазон концентраций, млн <sup>-1</sup>	Значение составляющей погрешности, %			
			Случайная, P=0,68		Неисключенная систематическая (показатель правильности), P=0,95 Δ <sub>с</sub>	Погрешность методики, P=0,95 Δ <sub>м</sub>
			Показатель сходимости σ <sub>ск</sub> (Δ)	Показатель воспроизводимости σ(Δ)		
Медь	Не уст.	Нижний предел для Cd составляет 1 млн <sup>-1</sup> ; других металлов -20 млн <sup>-1</sup> ; Верхний предел не ограничен	7,0	10,0	4,0	20,0
Свинец	Не уст.		11,0	17,0	21,0	41,0
Цинк	Не уст.		14,0	21,0	12,0	43,0
Никель	Не уст.		11,0	16,0	8,0	34,0
Кадмий	Не уст.		9,0	14,0	24,0	38,0
Кобальт	Не уст.		7,0	10,0	15,0	26,0
Хром	Не уст.		7,0	10,0	13,0	25,0
Марганец	Не уст.		5,0	7,0	3,0	14,0

2 Пункт 8.2 изложить в следующей редакции:

8.2 Результат измерений представлять в соответствии с МИ 1317 по формуле:

$$A \pm \Delta_m, P \quad (8)$$

где  $A$  - результаты измерений рабочих проб;  
 $\Delta_m$  - погрешность измерений по методике;  
 $P$  - доверительная вероятность,  $P=0,95$

3 Руководящий документ дополнить разделом 12.

## 12. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МВИ

12.1 Контроль погрешности МВИ проводят по установленным нормативам оперативного контроля, рассчитанным на основе характеристики погрешности и ее составляющих для диапазона действия методики в соответствии с таблицей 1а

12.2 Контроль сходимости методики проводят по размаху результатов параллельных определений содержания компонента в рабочих пробах. Решение об удовлетворительной сходимости принимают при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \leq d, \quad (9)$$

где  $X_1, X_2$  - максимальное и минимальное значение результатов параллельных определений;

$d$  - норматив оперативного контроля сходимости.

12.3 Контроль воспроизводимости методики проводят по размаху двух результатов измерений содержания компонента в рабочей пробе, полученных в условиях воспроизводимости (результаты измерений, полученные в разное время разными операторами с разными средствами измерений и реактивами). Решение об удовлетворительной воспроизводимости принимают при выполнении условия:

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq D \quad (10)$$

где  $\bar{X}_1, \bar{X}_2$  - результаты анализа пробы;

$D$  - норматив оперативного контроля воспроизводимости;

12.4 Контроль погрешности методики проводят по размаху между результатом определения содержания компонента и их аттестованными значениями в стандартном образце (СО) или аттестованной смеси (АС).

Решение об удовлетворительной погрешности методики принимают при выполнении условия:

$$|\bar{X} - C| \leq K \quad (11)$$

где  $\bar{X}$  - результат определения содержания компонентов СО (АС);

$C$  - аттестованное значение СО (АС);

$K$  - норматив оперативного контроля погрешности методики.

12.5 Нормативы оперативного контроля погрешности МВИ приведены в таблице 12:

Таблица 12

Наименование определяемого компонента	Диапазон измеряемых значений определяемого компонента, млн. <sup>-1</sup>	Нормативы оперативного контроля, при P = 0.95, %		
		Показатель сходимости, при n = 2, d	Показатель воспроизводимости при m = 2, D	Погрешность МВИ (показатель точности), K
Медь	Нижний предел для Cd составляет 1 млн. <sup>-1</sup> ; других металлов -20 млн. <sup>-1</sup> ; Верхний предел не ограничен	19	28	20
Свинец		30	47	41
Цинк		39	58	43
Никель		30	44	34
Кадмий		25	39	38
Кобальт		19	30	26
Хром		19	30	25
Марганец		14	19	14

Научно-производственное объединение «Тайфун»

249038, г. Обнинск Калужской обл., пр. Ленина, 82

телефон (08439) 7-15-40, факс: (08439) 4-09-10

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 6-1996**

**об аттестации методики анализа**

Методика количественного химического анализа массовой доли водорастворимых форм металлов (меди, свинца, цинка, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы, разработанная НПО «Тайфун»

и регламентированная в РД 52.18.286-91 «Методические указания. Определение массовой доли водорастворимых форм металлов в пробах почвы. Методика выполнения измерений с использованием пламенного атомно-абсорбционного спектрофотометра»

аттестована в соответствии с ГОСТ 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики и экспериментальной проверки в лабораториях сети мониторинга Росгидромета.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, сходимости, воспроизводимости и значения пределов сходимости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности  $P=0,95$

Наименование определяемого металла	Диапазон концентраций, млн <sup>-1</sup>	Значение составляющей погрешности, %				Нормативы оперативного контроля, при $P = 0,95$ , %		
		Случайная, $P=0,68$		Неисключенная систематическая (показатель правильности), $P=0,95$ $\Delta_c$	Погрешность методики, $P=0,95$ $\Delta_m$	Показатель сходимости, при $n = 2, d$	Показатель воспроизводимости при $m = 2, D$	Погрешность МВИ (показатель точности), $K$
		Показатель сходимости $\sigma_{сх}(\Delta)$	Показатель воспроизводимости $\sigma(\Delta)$					
Медь	Нижний предел для Cd составляет 1 млн <sup>-1</sup> ; других металлов -20 млн <sup>-1</sup> ; Верхний предел не ограничен	7,0	10,0	4,0	20,0	19,0	28,0	20,0
Свинец		11,0	17,0	21,0	41,0	30,0	47,0	41,0
Цинк		14,0	21,0	12,0	43,0	39,0	58,0	43,0
Никель		11,0	16,0	8,0	34,0	30,0	44,0	34,0
Кадмий		9,0	14,0	24,0	38,0	25,0	39,0	38,0
Кобальт		7,0	10,0	15,0	26,0	19,0	30,0	26,0
Хром		7,0	10,0		25,0	19,0	30,0	25,0
Марганец		5,0			14,0	14,0	19,0	14,0

Генеральный директор НПО «Тайфун»



*А.Д.Орлянский* А.Д.Орлянский