

(кафедра физико-химических методов сертификации продукции, БГТУ)
ОЦЕНКА НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ОТБОРА ПРОБ

Неопределенность измерения – наиболее важный обобщенный параметр, характеризующий качество измерений. Оценку неопределенности используют при принятии решения основанного на результатах измерений, например, соответствует ли партия продукции установленным требованиям по измеренному параметру [1]. Почти всегда измерение включает процесс отбора пробы, что связано с невозможностью проанализировать весь объем характеризуемого материала (целевого объекта). Если целью измерения является нахождение концентрации аналита в целевом объекте, а не в анализируемой пробе, то неопределенность, связанная с процессом отбора пробы, будет одной из существенных составляющих неопределенности полученного результата.

В связи с этим, весь процесс измерения делят на два этапа: отбор проб и анализ, при этом неопределенность измерения будет включать в себя две составляющие. Оценка неопределенности аналитического процесса измерения достаточно хорошо разработана и прописана в различных документах [2]. Требование по оценке неопределенности отбора проб является новым для аккредитованных лабораторий, и пока нет достаточного опыта проведения такой оценки.

Есть два основных подхода к оценке неопределенности отбора проб: «эмпирический» и «моделирования». Эмпирический подход основан на общей оценке прецизионности по результатам внутрилабораторных или межлабораторных исследований; подход «моделирования» основан на разработке модели пробоотбора, включающей все источники неопределенности [3].

Целью работы является оценка неопределенности отбора проб при определении массовой доли углекислого кальция и углекислого магния в меле по ГОСТ 21138.5-78. Работа проводилась совместно с производственной лабораторией ОАО «Керамин». Для оценки неопределенности был использован эмпирический подход. Были спланированы и проведены экспериментальные исследования по методу двойных проб (дубликатов). С целью исследования всех существенных факторов влияющих на пробоотбор, в эксперименте участвовали два отборщика, которые отобрали пробы в соответствии со стандартизированной методикой, от 8 партий мела. Каждый отборщик отобрал от одной партии две пробы в разное время, из которых затем были подготовлены две параллельные пробы для анализа. В общей сложности было проведено 64 анализа по определению карбонатов в меле. Обработку результатов осуществляли методом размахов [3]. Была рассчитана неопределенность отбора проб и неопределенность анализа и установлено, что неопределенность отбора проб не превышает 2 % от неопределенности измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Применение информации о неопределенности при оценке соответствия (на англ. языке) / первая редакция. – LGC, UK, 2007. – 15 с. (www.eurachem.org).
2. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях / пер. Р. Л. Кадиса, Г. Р. Нежиховского, В. Б. Симины; под ред. Л. А. Конопелько. – СПб.: ГП ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 2002. – 149 с.
3. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Неопределенность измерения, источником которой является отбор проб. Руководство по методам и подходам / Первая издание 2007. Разработано совместно с EUROLAB, Nordtest и комитетом по аналитическим методам (АМС) Великобритании. – Киев, 2015. – 102 с.