

ОЦЕНКА ТОЧНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТОВ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В МЕЛЕ

Лаборатория технологического управления ОАО «Керамин» аккредитована на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и осуществляет входной контроль сырьевых материалов и испытания готовой продукции.

В область аккредитации лаборатории входит, в том числе, и контроль за содержанием углекислого кальция и углекислого магния в меле, который используется при производстве керамических глазурей. В соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025 точность получаемых результатов должна оцениваться неопределенностью. Так как лаборатория по этому показателю аккредитована не только на анализ, но и на отбор образцов, то она должна оценивать неопределенность измерений с учетом неопределенности пробоотбора. Неопределенность отбора проб может вносить существенный вклад в неопределенность измерений и оказывать влияние на принимаемое решение относительно контролируемой партии.

Оценка неопределенности аналитического процесса измерения достаточно хорошо разработана и прописана в различных документах. Требование же по оценке неопределенности отбора проб является новым для аккредитованных лабораторий, и пока нет достаточного опыта проведения такой оценки.

Целью работы является оценка неопределенности, с учетом неопределенности отбора проб массовой доли углекислого кальция и углекислого магния в меле по ГОСТ 21138.5. Работа проводилась совместно с лабораторией технологического управления ОАО «Керамин».

Определение карбонатов в меле осуществляется титриметрическим методом, основанным на титровании суммы кальция и магния раствором трилона Б в аммиачно-хлоридной среде в присутствии индикатора хромоген черного.

В общем случае весь процесс измерений делят на два этапа: отбор проб и непосредственно анализ, каждый из которых вносит вклад в неопределенность измерений. Источниками неопределенности отбора и подготовки пробы являются: несовершенство протоколов пробоотбора, неоднородность пробы, перекрестное загрязнение, неполная стабилизация пробы и другие факторы.

Проведенный обзор литературы и международных требований показал, что есть два основных подхода к оценке неопределенности

пробоотбора: «метод моделирования», требующий наличия модели пробоотбора и метод эмпирический, основанный на экспериментальных данных.

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 [1]. Результаты расчетов неопределенности приведены в таблице.

Таблица – Результаты расчетов неопределенности измерения и неопределенности отбора образцов

Неопределенность	Обозначение величины	Стандартная неопределенность, % отн.	Расширенная неопределенность, % отн.
Анализ (сходимость параллельных результатов)	CV_A	0,156	0,31
Отбор проб	CV_S	0,349	0,7
Между целевыми объектами (партиями мела)	CV_I	1,23	2,46

Таким образом, наибольшая неопределенность (более 2 %) получена из-за разброса между целевыми объектами (партиями), что связано очевидно с их неоднородностью.

Аналитическая неопределенность, составляет 0,3 отн. % и сопоставима со сходимостью методики (0,25 %), что говорит о хорошей сходимости результатов анализа. Неопределенность измерений с учетом отбора проб составляет 0,73 % отн. и указывают на то, что неопределенность отбора образцов вносит существенный вклад в неопределенность измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Неопределенность измерения, источником которой является отбор проб. Руководство по методам и подходам / Первое издание 2007. Разработано совместно с EUROLAB, Nordtest и комитетом по аналитическим методам (АМС) Великобритании. – Киев, 2015. – 102 с.