

НОРМАТИВНІ ДОКУМЕНТИ

УДК 1.1.389.620.1.543.08

М. С. РОЖНОВ, Д. М. МЕЛЬНИК

АТЕСТАЦІЯ МЕТОДИК ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ВЕЛИЧИН

Рассмотрены методологические проблемы разработки и внедрения методик выполнения измерений (МВИ). Приведен перечень МВИ, аттестованных УкрЦСМ за период с 2000 по 2001 год.

Methodological problems of measuring procedures (MP) development and application are considered. The list of MPs certified by UkrCSM in 2000–2001 is given.

Закон України "Про метрологію та метрологічну діяльність" визначає правові основи забезпечення єдності вимірювань в Україні. Відповідно до ст.10 Закону, вимірювання, що здійснюються у сфері поширення державного метрологічного нагляду, мають виконуватись згідно з атестованими методиками виконання вимірювань (далі – МВВ), результати вимірювань можуть бути використані за умови, якщо відомі відповідні характеристики похибок вимірювань. Відповідно до ст.15 Закону, МВВ є одним з об'єктів державного метрологічного контролю і нагляду.

Чинним в Україні нормативним документом, що встановлює порядок атестації і вимоги до МВВ, є ГОСТ 8.010–90 ГСИ. Методики виконання измерений [1]. Досвід його застосування виявив, що існує ряд недоліків, що обмежують його застосування: не регламентовано об'єм та характер експериментальних досліджень характеристик похибок вимірювань, контролю похибок вимірювань у процесі застосування МВВ тощо.

Ряд зарубіжних країн впроваджує МВВ із врахуванням виду і методу вимірювань, а також із врахуванням специфічних вимог різних асоціацій і товариств [2–4] та міжнародних нормативних документів [5–11].

Потужним інструментом, що містить правові та організаційні засади проведення досліджень метрологічних характеристик МВВ, є ПМУ 15–99. Інструкція про порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях [12].

Характеристики похибки вимірювань гарантовані лише за умови виконання усіх вимог МВВ. Атестовані МВВ, як й усі нормативні документи,

підлягають періодичному перегляду з метою своєчасного внесення змін та доповнень.

МВВ є інтелектуальною власністю організації-розробника або організації-замовника, оскільки пов'язана з певними витратами при її розробленні і атестації. Ведення реєстрації МВВ створює передумови ефективного їх використання.

Наказом Держстандарту України від 16.08.99 р. затверджено "Положення про реєстр методичних документів з метрології". Це положення поширюється на методичні документи з метрології, які розроблені вперше і регламентують порядок та процедури здійснення окремих видів метрологічної діяльності у сферах поширення державного метрологічного нагляду, встановлює призначення та порядок ведення реєстру методичних документів з метрології. УкрЦСМ має доручення вести Реєстр методичних документів з метрології, у тому числі методик виконання вимірювань, положень, інструкцій, правил тощо.

За період з 1976 по 2001 рр. в УкрЦСМ атестовано понад 600 МВВ, створено комп'ютеризовану інформаційну базу на основі Microsoft® Access (таблиця).

Таблиця. Перелік методик виконання вимірювань атестованих у період з 2000 по 2001 рр.

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
1	Методика виконання вимірювань масової концентрації діацетату гексаїзобутирату сахарози (Е-444) у безалкогольних напоях методом газорідинної хроматографії	081/12-51-00	Ін-т екології та токсикології ім. Л. І. Медведя, м. Київ
2	Методика виконання вимірювань масової частки світлих нафтопродуктів в нафті газохроматографічним методом	081/12-52-00	УкрДНІНП "Масма", м. Київ
3	Методика выполнения измерений массовой доли зеараленона в пищевых продуктах и продовольственном сырье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	081/12-53-00	Центр сертифікації та випробувань продукції УкрЦСМ, м. Київ
4	Методика выполнения измерений массовой доли алкалоидов в пищевых продуктах и продовольственном сырье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	081/12-54-00	Центр сертифікації та випробувань продукції УкрЦСМ, м. Київ

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
5	Методика выполнения измерений массовой концентрации озона в газовых смесях титрометрическим методом	081/12-55-00	АТ "Україналіт", м. Київ
6	Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в воде автоматическим анализатором "МИКРАН"	081/12-57-00	ТОВ НВП "Еконіка", м. Одеса
7	Методика виконання вимірювань масової частки домішок срібла, платини, паладію, родію, міді, заліза, вісмуту, свинцю, сурми, марганцю, цинку, олова, хрому, нікелю, магнію в золоті з масовою часткою золота не менше 99,9 % методом атомно-емісійного аналізу	081/12-58-00	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ
8	Методика виконання вимірювань масової частки барвників Е-102, Е-104, Е-110, Е-122, Е-124, Е-132, Е-133, Е-142 у кондитерських виробках (карамелі, мармеладі, зефірі, вафлях) спектрофотометричним методом	081/12-59-00	КМАПО ім. П. Л. Шупика, м. Київ
9	Методика виконання вимірювань масової частки барвників Е-102, Е-104, Е-110, Е-122, Е-124, Е-132, Е-133, Е-142 в емульсіях та порошкових сумішах спектрофотометричним методом	081/12-60-00	КМАПО ім. П. Л. Шупика, м. Київ
10	Методика виконання вимірювань масової частки барвників Е-102, Е-104, Е-110, Е-122, Е-124, Е-132, Е-133, Е-142 у безалкогольних напоях спектрофотометричним методом	081/12-61-00	КМАПО ім. П. Л. Шупика, м. Київ
11	Методика выполнения измерений массовой доли мономера акриламида в продуктах полимеризации методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	081/12-62-00	Ін-т екології та токсикології ім. Л.І.Медведя, м. Київ

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
12	Методика выполнения измерений массовой доли фосгена в газообразных продуктах горения и термодиструкции в горной выработке газо-хроматическим методом	081/12-63-00	НВО "Респиратор"
13	Методика виконання вимірювань вмісту тетрагідродисциклопентадієну в повітрі робочої зони, атмосферному повітрі, нафтопродуктах, воді та ґрунті методом газорідної хроматографії	081/12-4474-00	Приватне підприємство "Екна", м. Київ
14	Методика определения массовой доли концентрации бария, кадмия, мышьяка, ртути, свинца, селена, сурьмы, хрома (мигрирующих форм) в игрушках (с изменениями №1 к методике выполнения измерений)	081/12-4483-00	ВНДЮФД, М. Москва, Росія
15	Методика виконання вимірювань вмісту одоранту (меркаптанів) у природному мережевому газі хроматографічним методом на хроматографі "КРИСТАЛЛЮКС-4000"	081/12-4501-00	ТОВ "ТЕХПРОМ-БУД"
16	Методика виконання вимірювань масової частки хімічних елементів у волосі рентгено-флуоресцентним методом	081/12-4502-00	ТОВ "Науково-Технічний Центр ВІРІА Ltd", м. Київ
17	Методика выполнения измерений массовой концентрации афлатоксина М1 в молоке методом ВЭЖХ с использованием в качестве флуориметрического детектора анализатора жидкости "ФЛЮОРАТ-02" (Методика М 04-18-98)	081/12-4553-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
18	Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия в пробах питьевых, природных и сточных вод на анализаторе жидкости "ФЛЮОРАТ-02" (Методика М 01-01-2000)	081/12-4554-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
19	Методика выполнения измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ) в пробах природной, питьевой, и сточной воды флюориметрическим методом на анализаторе жидкости "ФЛЮОРАТ-02" (Методика М 01-06-98)	081/12-4555-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
20	Методика выполнения измерений массовой концентрации цианидов токсичных в пробах питьевых, природных и сточных вод флюориметрическим методом на анализаторе жидкости "ФЛЮОРАТ-02" (Методика М 01-321-98)	081/12-4556-00	НВП "Люмэкс", м. Санкт-Петербург, Ро- сія
21	Методика выполнения измерений массовой доли полициклических ароматических углеводородов (пирена, хризена, бенз(а)пирена) в пробах почв, донных отложений и твердых отходов методом ВЭЖХ с использованием анализатора жидкости "ФЛЮОРАТ-02" (М 01-01-2000)	081/12-4557-00	НВП "Люмэкс", м. Санкт-Петербург, Ро- сія
22	Методика выполнения измерений массовой доли бенз(а)пирена в пробах колбасных изделий, мясо- и рыбокопченостей, зерна продовольственного и продуктов его переработки методом ВЭЖХ с использованием анализатора жидкости "ФЛЮОРАТ-02" (М 04-15-99)	081/12-4558-00	НВП "Люмэкс", м. Санкт-Петербург, Ро- сія
23	Методика выполнения измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в атмосферном воздухе и источниках загрязнения атмосферы методом ВЭЖХ	081/12-4559-00	НВП "Люмэкс", м. Санкт-Петербург, Ро- сія
24	Методика виконання вимірювань масової концентрації мінеральних мастил в рідкому кисні лінійно-колориметричним методом за допомогою індикаторних трубок	081/12-4560-00	УкрНТЦ "Сенсор", м. Черкаси

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
25	Методика выполнения измерений массовой концентрации общей ртути в пробах природной, питьевой и сточной воды на анализаторе ртути "РА-915" с приставкой ПР-91	081/12-4562-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
26	Методика выполнения измерений массовой доли общей ртути в пробах почв и грунтов на анализаторе ртути "РА-915" с приставкой ПР-91С (Методика М 03-05-99)	081/12-4563-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
27	Методика выполнения измерений массовой доли сырого протеина; сырого жира; влаги; сырой клетчатки; сырой золы; золы, нерастворимой в соляной кислоте; фосфора и кальция в ячмене фуражном методом спектроскопии в ближней инфракрасной области (М 04-20-2000)	081/12-4564-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
28	Методика выполнения измерений массовой доли сырого протеина; жира; влаги; фосфора и кальция хлористого натрия и сырой золы в кормовой муке из рыбы, морских млекопитающих, раков методом спектроскопии в ближней инфракрасной области (М 04-16/01-99)	081/12-4565-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
29	Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов калия, натрия, аммония, цезия, лития, магния, кальция, стронция и бария в пробах питьевых природных и сточных вод с использованием системы капиллярного электрофореза "КАПЕЛЬ" (М 01-31-2000)	081/12-4566-00	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
30	Методика виконання измерений масової концентрації хлорид-, нітрит-, сульфат-, нітрат-, фторид-, фосфат-іонів в пробах питьєвих, природних і сточних вод з використанням системи капиллярного електрофореза "КАПЕЛЬ" (М 04-30-98)	081/12-4567-00	НВП "Люмекс" м. Санкт-Петербург, Росія
31	Методика виконання измерений масової концентрації кофеїна і сорбінової, аскорбінової, бензойної кислот в безалкогольних і алкогольних напінках з використанням системи капиллярного електрофореза "КАПЕЛЬ" (М 04-16-99)	081/12-4568-00	НВП "Люмекс" м. Санкт-Петербург, Росія
32	Методика виконання вимірювань масової частки сорбітан тристеарату (Е 492) в емульсіях жирів, кондвиробах з какао, шоколаді за допомогою фотометричного методу	004/05-2000	Ін-т екології і токсикології ім. Л. І. Медведя
33	Методика виконання вимірювань вмісту емульгатора Е 445 у безалкогольних, слабоалкогольних, непрозорих алкогольних напоях та кондвиробах на основі шоколаду та какао методом високоефективної рідинної хроматографії	081/12-4590-00	Центр контролю якості продукції УкрНДІ-спирт-біопрод, м. Київ
34	Методика виконання вимірювань вмісту води в абсолютованому спирті та високооктановій кисневмісній добавці до бензинів (ВКД) методом газової хроматографії	081/12-4591-00	Центр контролю якості продукції УкрНДІ-спирт-біопрод, м. Київ
35	Методика виконання вимірювань масової частки срібла в срібно-мідних сплавах методом потенціометричного титрування	081/12-4609-00	Центральне казенне підприємство пробірного контролю Державної пробірної служби України

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
36	Методика выполнения измерений массовой доли меди, цинка, кадмия, свинца в пробах зерна, мукомольно-крупяных и хлебобулочных изделий, плодоовощной продукции и муке животного происхождения атомно-абсорбционным методом с электро-термической атомизацией (М 04-16-99)	081/12-4604-00	НВП "Люмэкс", м. Санкт-Петербург, Росія
37	Методика выполнения измерений массовой доли бенз(а)пирена в пробах пищевого парафина криоспектральным методом на анализаторе жидкости "Флюорат-02" (М 04-23-2000)	081/12-4605-00	НВП "Люмэкс", м. Санкт-Петербург, Росія
38	Методика выполнения измерений массовой доли свинца, кадмия, меди, цинка, железа в пищевых продуктах и пищевом сырье атомно-абсорбционным методом с электро-термическим атомизатором	081/12-4628-00	"ЕКОМЕДСЕРВІС", м. Київ
39	Методика выполнения измерений содержания кадмия, свинца, меди в природных и очищенных сточных водах методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4631-00	НВП "Буревестник", м. Санкт-Петербург, Росія
40	Методика виконання вимірювань масової частки платини і родію в платинородійових сплавах, платини в платино-мідних сплавах, золота в золото-срібно-мідних сплавах та платини і іридію в платино-іридієвих сплавах рентгенфлуоресцентним методом на установці "X-Nat Control"	081/12-4633-00	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
41	Методика виконання вимірювань масової частки платини і родію в платинородійових сплавах, платини в платино-мідних сплавах, золота в золото-срібно-мідних сплавах рентгенфлуоресцентним методом на рентгенофлуоресцентному спектрометрі "SPECTRO X-Test"	081/12-4634-00	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ
42	Методика виконання вимірювань масової частки залишкових кількостей хлорорганічних пестицидів: альфа-гексахлорциклогексану, гамма-гексахлорциклогексану, гептахлору, альдріну, 4,4'-діхлордіфінілтрихлоретану, 4,4'-діхлордіфінілдіхлоретану	081/12-4643-00	УкрНДІ олії та жирів, м. Харків
43	Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия, железа, марганца, меди, молибдена, свинца, стронция и цинка в питьевой воде методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием электротермической атомизации	081/12-4701-00	НВП "АН-ТЕКС-АВТОМАТИКА"
44	Методика количественного химического анализа проб кормовых продуктов перерабатывающих предприятий, комбикормов, премиксов, белково-витаминных добавок на содержание мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4751-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
45	Методика виконання вимірювань масових часток домішок золота, платини, паладію, родію, міді, заліза, свинцю, цинку, олова, сурми, нікелю, вісмуту, телуру в сріблі з масовою часткою срібла не менше 99,9 % методом атомно-емісійного аналізу з індукційною плазмою	081/12-4776-01	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
46	Методика виконання вимірювань масових часток домішок срібла, платини, паладію, родію, міді, заліза, свинцю, сурми, марганцю, цинку, олова, хрому, нікелю в золоті з масовою часткою срібла не менше 99,9 % методом атомно-емісійного аналізу	081/12-4777-01	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ
47	Методика выполнения измерений массовой доли остаточных количеств диэтилстильбэстрола и его конъюгатов в мясных продуктах методом ВЭЖХ с использованием в качестве флюориметрического детектора анализатора жидкости "Флюорат-02" (М 04-17-99)	081/12-4816-01	НВП "Люмэкс" м. Санкт-Петербург, Росія
48	Посуда и посудо-хозяйственные товары. Инверсионно-вольтамперометрический метод анализа вытяжек на содержание цинка, кадмия, свинца, меди и мышьяка (МУ 08-47/085)	081/12-4829-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
49	Методика виконання вимірювань масової концентрації олігоєфіракратів у технологічній воді гравіметричним методом	081/12-4861-01	УкрНДІСВД, м. Київ
50	МВВ масових часток домішок срібла, золота, паладію, родію, іридію, рутенію, міді, заліза, свинцю, сурми, цинку, олова, кремнію, нікелю, алюмінію, магнію в платині з масовою часткою платини не менше 99,9 % методом атомно-емісійного аналізу з індукційною плазмою	081/12-4869-01	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ
51	МВВ масових часток домішок срібла, золота, платини, родію, іридію, рутенію, міді, заліза, свинцю, сурми, цинку, олова, кремнію, нікелю, алюмінію, магнію в паладії з масовою часткою паладію не менше 99,9 % методом атомно-емісійного аналізу з індукційною плазмою	081/12-4870-01	Випробувальна лабораторія Державної скарбниці НБУ, м. Київ

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
52	МВВ густини купажних сиропів в градусах БРІКС денситометричним методом	081/12-4889-01	"Кока-Кола Беверіджиз Україна Лімітед", м. Київ
53	МВВ густини цукровмісних напоїв в градусах БРІКС денситометричним методом	081/12-4890-01	"Кока-Кола Беверіджиз Україна Лімітед", м. Київ
54	МВВ нетто-вмісту напоїв в пляшках	081/12-4891-01	"Кока-Кола Беверіджиз Україна Лімітед", м. Київ
55	МВВ нетто-вмісту газованих диоксидом вуглецю напоїв	081/12-4892-01	"Кока-Кола Беверіджиз Україна Лімітед", м. Київ
56	Методика количественного химического анализа проб сахара и сахарной свеклы на содержание мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4915-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
57	Методика выполнения измерений содержания кадмия, свинца, меди в атмосферном воздухе населенных мест и в воздухе рабочей зоны методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4916-01	НВП "БУРЕ-ВЕСТНИК", м. Санкт-Петербург, Росія
58	Методика количественного химического анализа проб детских игрушек на содержание токсичных элементов (мышьяка, ртути, селена, кадмия, свинца и сурьмы) методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4917-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія

Пор. №	Найменування МВВ	Позначення МВВ	Організація-розробник МВВ
59	Методика количественного химического анализа проб мяса, яиц и продуктов их переработки на содержание мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4918-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
60	Методика количественного химического анализа проб жировых продуктов на содержание железа и мышьяк методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4919-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
61	Методика количественного химического анализа проб молока и молочных продуктов на содержание мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4920-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
62	Методика количественного химического анализа проб питьевых и минеральных вод, алкогольных и безалкогольных напитков на содержание мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4921-01	"ЮМХ" м. Томськ, Росія
63	МВВ масової частки кальцій динатрій етилендіамінтетраацетату (Е 385), динатрій етилендіамінтетраацетату (Е 386) в емульгованих соусах (майонезах) фотометричним методом	081/12-4928-01	Інститут екології і токсикології ім. Л. І. Медведя, м. Київ
64	МВВ масової концентрації йоду в питній воді "Доктор", йодованій йоднуватокислим калієм, фотометричним методом	081/12-4958-01	Інститут екології і токсикології ім. Л. І. Медведя, м. Київ
65	Методика количественного химического анализа проб рыбы, продуктов моря и продуктов их переработки на содержание мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии	081/12-4961-01	НВП "Техноаналит", м. Томськ, Росія

Таким чином, забезпечення в Україні застосування атестованих методик виконання вимірювань – пріоритетне державне завдання у галузі метрології, що спрямоване на захист громадян і національної економіки від наслідків недостовірних результатів вимірювань.

1. *ГОСТ 8.010-90*. ГСИ. Методики выполнения измерений.
2. *"Official Methods of Analysis of AOAC International"*, 1995, AOAC International, Gaithersburg, USA.
3. *"ICC – Standards"*, 1996, ICC, Vienna, Austria.
4. *"Analytica-EBC"*, 1987, Brauerei- und Getränke-Rundschau, Zurich, Switzerland.
5. *МН 2336-95*. Рекомендація. ГСИ. Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания.
6. *МН 2335-95*. Рекомендація. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
7. *МН 2334-95*. Рекомендація. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.
8. *МН 2345-95*. Рекомендація. ГСИ. Характеристики градуировочные средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с применением стандартных образцов.
9. *ISO 5725-(1-6):1994 (E)*. Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results.
10. *"Guide to the expression of uncertainty in measurement"*, 1995, ISO, Geneva, Switzerland.
11. *"Quantifying uncertainty in analytical measurement"*, 1995, EURACHEM.
12. *ПМВ 15-99*. Інструкція про порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях.

УкрЦСМ,
м. Київ

Отримано
12.02.2002