

ОТЧЕТ
по оценке неопределенности результатов измерений

Методика анализа (Шифр)	ГОСТ 5985-79
Наименование	Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа
Диапазон измерений	

Входная информация по лабораторной пробе (контрольному образцу)	
Шифр (лабораторный номер):	55.4
Наименование:	ПП-22С № 30-03-20н
Измеренное значение кислотного числа пробы мг КОН/г: Y	0,0290

Основное выражение (математическая формула) для измеряемой величины:	
$Y = \frac{(V_2 - V_4) \cdot T}{m_1} \qquad T = \frac{56,11 \cdot m}{204,23 \cdot V_1} \cdot 100$	
Входные величины:	
m - масса бифталата калия, г	0,0653
V ₁ - объем 0,05 моль/дм ³ раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование массы бифталата калия, см ³	10
V ₃ - объем 0,05 моль/дм ³ спиртового раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см ³ ;	10
V ₄ - объем 0,05 моль/дм ³ спиртового раствора гидроксида калия, израсходованный на контрольный опыт, см ³ ;	2
m ₁ — масса пробы, г.	49,5656
T — титр 0,05 моль/дм ³ раствора гидроксида калия, мг/см ³	0,17940474
Кислотное число испытываемой пробы мг КОН/г	0,028956331

Условия окружающей среды:	
Температура в помещении лаборатории, °С	
Максимальная:	19
Минимальная:	23
Максимальное колебания температуры в лаборатории относительно 20 °С (Δt)	3

Количественное выражение составляющих неопределенности входных величин.	
V_1 - объем 0,05 моль/дм ³ раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование массы бифталата калия, см ³	
Используемое СИ	Бюретка 25 см ³ 2 кл
Точность бюретки, α см ³ в соответствии ГОСТ 29251	0,05
Ушедший объем на титрование	10
Распределение внутри заданных границ	Треугольное
Стандартная неопределенность $u(V_1)$:	$U(V_{\text{бюретки}}) = \frac{\alpha}{\sqrt{6}}$ 0,020412415
Стандартная неопределенность $u(V_t)$:	$u(V_t) = \frac{V \cdot K \cdot \Delta t}{\sqrt{3}}$ 0,002571964
Стандартная неопределенность объема V_1 :	$U(V_1) = \sqrt{U^2(V_{\text{бюретки}}) + U^2(V_t)}$ 0,02057381
Относительная стандартная неопределенность объема V_1 :	$\frac{U(V_1)}{V_1}$ 0,002057381

K - Коэффициент объемного расширения воды $2,1 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$

V_3 - объем 0,05 моль/дм ³ спиртового раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см ³ ;	
Используемое СИ	Бюретка 25 см ³ 2 кл
Точность бюретки, α см ³ в соответствии ГОСТ 29251	0,05
Ушедший объем на титрование	10
Распределение внутри заданных границ	Треугольное
Стандартная неопределенность $u(V)$:	$U(V_{\text{бюретки}}) = \frac{\alpha}{\sqrt{6}}$ 0,020412415
Стандартная неопределенность $u(V_t)$:	$u(V_t) = \frac{V \cdot K \cdot \Delta t}{\sqrt{3}}$ 0,002571964
Стандартная неопределенность объема V_3 :	$U(V_3) = \sqrt{U^2(V_{\text{бюретки}}) + U^2(V_t)}$ 0,02057381
Относительная стандартная неопределенность объема V_3 :	$\frac{U(V_3)}{V_3}$ 0,002057381

K - Коэффициент объемного расширения воды $2,1 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$

V_4 - объем 0,05 моль/дм ³ спиртового раствора гидроксида калия, израсходованный на контрольный опыт, см ³ ;	
Используемое СИ	Бюретка 25 см ³ 2 кл
Точность бюретки, α см ³ в соответствии ГОСТ 29251	0,05
Ушедший объем на титрование	2
Распределение внутри заданных границ	Треугольное
Стандартная неопределенность $u(V)$:	$U(V_{\text{бюретки}}) = \frac{\alpha}{\sqrt{6}}$ 0,020412415
Стандартная неопределенность $u(V_t)$:	$u(V_t) = \frac{V \cdot K \cdot \Delta t}{\sqrt{3}}$ 0,000514393

Стандартная неопределенность объема V:	$U(V_4) = \sqrt{U^2(V_{\text{бюретки}}) + U^2(V_t)}$	0,020418895
Относительная стандартная неопределенность объема V ₄ :	$\frac{U(V_4)}{V_4}$	0,010209447

K - Коэффициент объемного расширения воды $2,1 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$

m - масса бифталата калия, г	
Используемое СИ	Весы аналитические HTR-220CE
Точность весов, α г, в соответствии ГРСИ № 38225-08 (до 50 г. ±1 мг, св 50 г. ±2 мг)	0,001
Масса бифталата калия, г	0,0653
Распределение внутри заданных границ	Прямоугольное
Стандартная неопределенность u(m):	$U(m) = \frac{\alpha}{\sqrt{3}}$ 0,00057735
Относительная стандартная неопределенность масса бифталата калия, m	$\frac{U(m)}{m}$ 0,008841505

m ₁ - масса пробы, г.	
Используемое СИ	Весы аналитические HTR-220CE
Точность весов, α г, в соответствии ГРСИ № 38225-08 (до 50 г. ±1 мг, св 50 г. ±2 мг)	0,001
Масса бифталата калия, г	49,5656
Распределение внутри заданных границ	Прямоугольное
Стандартная неопределенность u(m ₁):	$U(m_1) = \frac{\alpha}{\sqrt{3}}$ 0,00057735
Относительная стандартная неопределенность массы пробы, m ₁	$\frac{U(m_1)}{m_1}$ 1,16482E-05

T — титр 0,05 моль/дм ³ раствора гидроокиси калия, мг/см ³	
Расчитанный титр T	0,17940474
Относительная стандартная неопределенность масса бифталата калия, m	$\frac{U(m)}{m}$ 0,008841505
Относительная стандартная неопределенность объема V ₁ :	$\frac{U(V_1)}{V_1}$ 0,002057381
Относительная стандартная неопределенность титра	$\frac{U(T)}{T} = \sqrt{\left(\frac{U(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{U(V_1)}{V_1}\right)^2}$ 0,009077721

Оценка показателя повторяемости результатов анализа в соответствии с приложением Б РМГ 76-2014

№	№ пробы	Дата	Результат контрольного измерения		Результат контрольной процедуры	Среднее значение $\bar{X}_{ml} = \frac{\sum_{i=1}^n \bar{X}_{mli}}{n}$	Выборочная дисперсия результатов единичного анализа $S_{ml}^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_{mli} - \bar{X}_{ml})^2}{n-1}$
			первичного X_1	повторного X_2	$r_k = X_{\max} - X_{\min}$		
1	1	11.01.2016	1,010	1,011	0,001	1,0105	0,0000005
2	2	12.04.2016	1,012	1,015	0,003	1,0135	0,0000045
3	3	12.08.2016	1,020	1,012	0,008	1,016	0,0000320
4	4	14.12.2016	1,018	1,020	0,002	1,019	0,0000020
5	5	16.01.2017	1,010	1,012	0,002	1,011	0,0000020
6	6	17.04.2017	1,010	1,011	0,001	1,0105	0,0000005
7	7	17.08.2017	1,012	1,015	0,003	1,0135	0,0000045
8	8	18.12.2017	1,020	1,012	0,008	1,016	0,0000320
9	9	19.01.2018	1,018	1,020	0,002	1,019	0,0000020
10	10	20.03.2018	1,010	1,012	0,002	1,011	0,0000020
11	11	21.06.2018	1,010	1,011	0,001	1,0105	0,0000005
12	12	21.09.2018	1,012	1,015	0,003	1,0135	0,0000045
13	13	24.12.2018	1,020	1,012	0,008	1,016	0,0000320
14	14	24.01.2019	1,018	1,020	0,002	1,019	0,0000020
15	15	25.03.2019	1,010	1,012	0,002	1,011	0,0000020
16	16	26.06.2019	1,012	1,011	0,001	1,0115	0,0000005
17	17	27.09.2019	1,012	1,015	0,003	1,0135	0,0000045
18	18	27.12.2019	1,020	1,012	0,008	1,016	0,0000320
19	19	29.01.2020	1,018	1,020	0,002	1,019	0,0000020
20	20	30.03.2020	1,010	1,012	0,002	1,011	0,0000020
21	19	31.06.2020	1,010	1,013	0,003	1,0115	0,0000045
22	20	01.09.2020	1,012	1,014	0,002	1,013	0,0000020
Число результатов анализа L							22
Стандартное отклонение повторяемости					$S_{r,m} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^L S_{mi}^2}{L}}$	$\sigma_{r,m} \approx S_{r,m}$	0,002783882

Бюджет неопределенности			
Источник неопределенности		Тип оценки	относительная стандартная неопределенность, %
Стандартное отклонение результатов измерений полученных в условиях повторяемости σ	$\frac{\sigma_r}{Y}$	A	0,096140709
Относительная стандартная неопределенность Титра	$\frac{U(T)}{T}$	B	0,009077721
Относительная стандартная неопределенность m_1 — масса пробы, г.	$\frac{U(m_1)}{m_1}$	B	1,16482E-05
Относительная стандартная неопределенность V_4 - объем 0,05 моль/дм ³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на контрольный опыт, см ³ ;	$\frac{U(V_4)}{V_4}$	B	0,010209447
Относительная стандартная неопределенность V_3 - объем 0,05 моль/дм ³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см ³ ;	$\frac{U(V_3)}{V_3}$	B	0,002057381
$\frac{U(Y)}{Y} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_r}{Y}\right)^2 + \left(\frac{U(T)}{T}\right)^2 + \left(\frac{U(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{U(V_4)}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{U(V_3)}{V_3}\right)^2}$			0,0971283
Суммарная стандартная относительная неопределенность $U_{отн}$ %			0,0971283
Расширенная стандартная относительная неопределенность $U_{отн}$ % (при $k=2$)			0,1942566
Кислотное число испытуемой пробы мг КОН/г: Y			0,029
Неопределенность результата измерения мг КОН/г: $U(Y)_{k=2}$			0,006