ГОСТ 30159—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ТОЧНОСТИ МЕТОДОВ ИСПЫТАНИЙ

Издание официальное

БЗ 12—93/734

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 215 "Лесохимическая продукция и методы ее испытания"

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6—94 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 6 марта 1996 г. № 156 межгосударственный стандарт ГОСТ 30159—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Обеспечение точности результатов внутрилабораторного контроля качества 2
4 Обеспечение точности результатов межлабораторного контроля качества 3
5 Правила разрешения спорных ситуаций. 3
6 Предупреждение спорных ситуаций. Внутризаводские нормы приемки (ВЗН) 5
Приложение А Нормативы допустимых расхождений при межлабораторном контроле для основных лесохимических продуктов 7
Приложение Б Примеры применения правил стандарта 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Обеспечение точности методов испытаний

Wood chemical products.
Provision of accuracy for testing methods

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на контроль качества лесохимической продукции и устанавливает правила обеспечения точности методов испытаний.

Точность контроля качества обеспечивается:

— выполнением испытаний в соответствии с нормативным документом (НД);

— исправностью применяемых средств измерения и оборудования;

— применением правил, изложенных в настоящем стандарте.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8981—78 Эфиры этиловый и нормальный бутиловый уксусной кислоты технические. Технические условия

ГОСТ 17823.1—72 Продукты лесохимические. Метод определения кислотного числа

ГОСТ 19113—84 Канифоль сосновая. Технические условия

ГОСТ 21533—76 Продукты лесохимические. Газохроматографический метод анализа

Издание официальное

3 ОБЕСПЕЧЕНИЕ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

3.1 Результаты испытания, проведенного в одной лаборатории, в условиях, указанных в НД, считают годными, если фактическое расхождение между параллельными определениями d_{Φ} не превышает указанное в НД $d_{НД}$.

В этом случае, при отсутствии в НД других указаний, за результат испытания принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений.

3.2 Если результаты параллельных определений отличаются друг от друга больше чем на $d_{НД}$, необходимо получить не менее трех дополнительных результатов.

Затем рассчитывают абсолютную разность между наиболее отличающимся "выпадающим" результатом и средним арифметическим оставшихся результатов. Если эта разница меньше $d_{НД}$, то все результаты могут считаться достоверными. В этом случае за результат испытания принимают среднее арифметическое всех параллельных определений. Если разность больше $d_{НД}$, "выпадающий" результат исключают.

Оставшиеся результаты вновь проверяют на наличие "выпадающих". При отсутствии "выпадающих" за результат испытания принимают среднее арифметическое согласующихся между собой результатов параллельных определений.

3.3 Если в результате проверки по 3.1 и 3.2 исключено два или более результатов параллельных определений, следует:

— проверить правильность выполнения методики;

— проверить исправность применяемых средств измерения и оборудования;

— получить пять или более согласующихся между собой результатов параллельных определений (3.1 и 3.2).

За результат испытания принимают среднее арифметическое согласующихся между собой результатов параллельных определений.

3.4 Если в течение полугодия или года в лаборатории приходится повторять более 10 % испытаний определенного вида (при общем их числе не менее 20), следует:

— проверить правильность выполнения методики;

— проверить исправность применяемых средств измерения и оборудования.

4 ОБЕСПЕЧЕНИЕ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ МЕЖЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

Точность результатов межлабораторного контроля качества обеспечивают:

— проведением периодического контроля результатов испытаний независимой испытательной организацией (организациями);

— совместной работой лабораторий предприятий изготовителей и потребителей продукции;

— использованием нормативов допустимых расхождений результатов испытаний при межлабораторном контроле D (значение D указано в НД или приложении А).

5 ПРАВИЛА РАЗРЕШЕНИЯ СПОРНЫХ СИТУАЦИЙ

5.1 Спорная ситуация — это любой случай, в котором между изготовителем и потребителем после определения того или иного показателя качества не возникает единого мнения о качестве партии.

5.2 Спорная ситуация может быть изображена при помощи системы неравенств.В случае нижней границы нормы, "не менее" $X_{\text{н гр}}$

$$\begin{cases} \overline{X}_{\text{и}} \geq X_{\text{н гр}} \\ \overline{X}_{\text{п}} < X_{\text{н гр}} \end{cases} \qquad (1)$$

В случае верхней границы нормы, "не более" $X_{\text{в.гр.}}$

$$\begin{cases} \overline{X}_{\text{и}} \leq X_{\text{в гр.}} \\ \overline{X}_{\text{п}} > X_{\text{в гр}}, \end{cases} \qquad (2)$$

где $\overline{X}_{\text{и}}$ — результат испытания (среднее из результатов параллельных определений), полученный у изготовителя;

$\overline{X}_{\text{п}}$ — результат испытания (среднее из результатов параллельных определений), полученный у потребителя.

5.3 Если абсолютная разность между $\overline{X}_{\text{и}}$ и $\overline{X}_{\text{п}}$ меньше или равна D (раздел 4), то при обоюдном согласии стороны поступают по 5.4. Если одна из сторон не согласна с этим решением, пробу передают на арбитражный анализ в нейтральную лабораторию.

5.4 Вычисляют общий средний результат испытания $\overline{\overline{X}}$ по формуле

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_{\text{и}} + \overline{X}_{\text{п}}}{2}, \qquad (3)$$

где $\overline{X}_{\text{и}}$ и $\overline{X}_{\text{п}}$ — см.5.2.

При норме "не менее" партию продукта считают соответствующей НД, если $\bar{\bar{X}}$ больше или равно $X_{\text{н.гр.}}$, в противном случае — не соответствующей.

При норме "не более" партию продукта считают соответствующей НД, если $\bar{\bar{X}}$ меньше или равно $X_{\text{в.гр}}$, в противном случае — не соответствующей.

5.5 Если абсолютная разность между $\bar{X}_{\text{и}}$ и $\bar{X}_{\text{п}}$ больше D, то обе стороны должны проверить:

— правильность выполнения методики;

— исправность применяемых средств измерения и оборудования;

— получить три или более согласующихся между собой результатов параллельных определений (3.1 и 3.2).

Работу по проверке правильности выполнения методики целесообразно проводить обеим лабораториям совместно, например путем совместного исследования арбитражной пробы.

5.6 В результате проведения работы по 5.5 стороны получают новые значения $X_{\text{и}}'$ и $X_{\text{п}}'$.

Если на основании этих значений стороны не могут прийти к согласию относительно качества партии продукта, то пробу передают на арбитражный анализ в нейтральную лабораторию.

5.7 Лаборатория, в которой проводят арбитражный анализ, должна быть:

— нейтральной;

— компетентной;

— признанной обеими сторонами.

5.8 Нейтральная лаборатория должна получить не менее трех согласующихся между собой результатов (3.1 и 3.2).

За результат испытания в нейтральной лаборатории $\bar{X}_{\text{А}}$ принимают среднее арифметическое согласующихся между собой результатов параллельных определений.

5.9 После проведения испытаний в нейтральной лаборатории возможны две ситуации.

5.9.1 Результаты трех лабораторий согласуются между собой. Это значит, что разность между "выпадающим" результатом (какой бы лаборатории он не принадлежал) и средним арифметическим двух других результатов меньше или равна D. В этом случае вычисляют среднее арифметическое результатов всех лабораторий $\bar{\bar{X}}$ по формуле

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_{и} + \overline{X}_{п} + \overline{X}_{А}}{3}, \qquad (4)$$

где: $X_{и}$ и $X_{п}$ — см. 5.2; $X_{А}$ — см. 5.8.

Если в лабораториях изготовителя и потребителя были проведены повторные испытания, то $\overline{\overline{X}}$ вычисляют по формуле

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_{и}' + \overline{X}_{п}' + \overline{X}_{А}'}{3}. \qquad (5)$$

При норме "не менее" партию продукта считают соответствующей НД, если $\overline{\overline{X}}$ больше или равно $X_{н.гр.}$, в противном случае — не соответствующей.

При норме "не более" партию продукта считают соответствующей НД, если $\overline{\overline{X}}$ меньше или равно $X_{в.гр}$, в противном случае — не соответствующей.

5.9.2 Результаты трех лабораторий не согласуются между собой. Это означает, что разность между "выпадающим" результатом (какой бы лаборатории он не принадлежал) и средним арифметическим двух других результатов больше D.

В этом случае вычисляют среднее арифметическое двух более близких результатов $\overline{\overline{X}}$ (третий результат не учитывают).

При норме "не менее" партию продукта считают соответствующей НД, если $\overline{\overline{X}}_2$ больше или равно $X_{н.гр.}$, в противном случае — не соответствующей.

При норме "не более" партию продукта считают соответствующей НД, если $\overline{\overline{X}}_2$ меньше или равно $X_{в.гр.}$, в противном случае — не соответствующей.

6 ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ СПОРНЫХ СИТУАЦИЙ. ВНУТРИЗАВОДСКИЕ НОРМЫ ПРИЕМКИ (ВЗН)

6.1 С целью обеспечения гарантий качества и предупреждения спорных ситуаций изготовителю рекомендуется, особенно при поставках на экспорт, устанавливать внутризаводские нормы приемки продукции, более жесткие, чем нормы, указанные в НД.

6.2 Внутризаводские нормы приемки рассчитывают по следующим формулам:

при норме "не менее"

$$X_{\text{ВЗН}} = X_{\text{н гр}} + 0{,}707 \times D, \quad (6)$$

при норме "не более"

$$X_{\text{ВЗН}} = X_{\text{в гр}} - 0{,}707 \times D, \quad (7)$$

6.3 Если значение D не известно, внутризаводские нормы приемки рассчитывают по следующим формулам:

при норме "не менее"

$$X_{\text{ВЗН}} = X_{\text{н гр}} + K(n) \times d_{\text{НД}}, \quad (8)$$

при норме "не более"

$$X_{\text{ВЗН}} = X_{\text{в гр}} - K(n) \times d_{\text{НД}}, \quad (9)$$

где $K(n)$ — коэффициент, зависящий от числа параллельных определений, указанного в НД:

$$K(2) = 0{,}50;\ K(3) = 0{,}34;\ K(4) = 0{,}27;\ K(5) = 0{,}23.$$

6.4 Примеры применения правил стандарта приведены в приложении Б.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Таблица А.1 — Нормативы допустимых расхождений при межлабораторном контроле для основных лесохимических продуктов

Продукт	Показатель качества	Норматив допустимых расхождений при межлабораторном контроле
1	2	3
Уголь древесный	Кажущаяся плотность	0,02 г/см^3
	Массовая доля золы	0,2 %
	Массовая доля нелетучего углерода	2 %
	Масса 1 дм^3	11 г
Уксусная кислота пищевая	Массовая доля уксусной кислоты	0,4 %
	Массовая доля нелетучего остатка	0,001 %
	Массовая доля органических веществ в пересчете на муравьиную кислоту	0,04 %
Уксусная кислота техническая	Массовая доля уксусной кислоты	0,4 %
	Массовая доля нелетучего остатка	0,007 %
	Массовая доля органических веществ в пересчете на муравьиную кислоту	0,3 %
	Массовая доля веществ с карбонильной группой	0,1 %
Этилацетат	Плотность	0,001 г/см^3
	Массовая доля основного вещества (метод омыления)	0,5 %
	Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту	0,001 %
	Массовая доля нелетучего остатка	0,0005 %
	Пределы перегонки	1°С
Бутилацетат	Плотность	0,001 г/см^3
	Массовая доля основного вещества (метод омыления)	0,5 %
	Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту	0,001 %
	Массовая доля нелетучего остатка	0,001 %
	Пределы перегонки	1°С

Продолжение таблицы А 1

1	2	3
Ингибитор древесно-смоляной	Плотность	0,003 г/см^3
	Кислотное число	2 мг KOH/г
	Массовая доля фенолов	4 %
	Объем отгона до 200°С	1°С
	Объем отгона до 260°С	2°С
	Объем отгона до 310°С	2°С
Канифоль живичная	Массовая доля золы	0,01 %
	Массовая доля механических примесей	0,01 %
	Массовая доля неомыляемых веществ	1 %
	Кислотное число	2 мг KOH/г
Канифоль экстракционная и экстракционная модифицированная	Массовая доля золы	0,01 %
	Массовая доля механических примесей	0,01 %
	Кислотное число	2 мг KOH/г
Канифоль талловая модифицированная	Кислотное число	2 мг KOH/г
Скипидар живичный	Плотность	0,002 г/см^3
	Показатель преломления	0,002
	Температура начала кипения	1°С
	Объемная доля отгона до 170°С	1 %
	Массовая доля остатка от испарения	0,1 %
	Кислотное число	0,1 мг KOH/г
Скипидар экстракционный	Плотность	0,002 г/см^3
	Показатель преломления	0,002
	Температура начала кипения	1°С
	Объемная доля оттона	1 %
	Массовая доля остатка от испарения	0,1 %
	Кислотное число	0,1 мг KOH/г
Флотомасло	Плотность	0,002 г/см^3
	Показатель преломления	0,002
	Массовая доля воды	0,2 %
	Массовая доля спиртов в пересчете на терпинеол	2 %
	Температура начала кипения	2°С
	Кислотное число	0,1 мг KOH/г

Окончание таблицы А.1

1	2	3
Камфара синтетическая	Температура кристаллизации	1°С
	Массовая доля нелетучего остатка	0,02 %
	Массовая доля не растворимого в спирте остатка	0,002 %
Кислоты жирные талловые	Кислотное число	2 мг KOH/г
	Массовая доля смоляных кислот	1 %
	Массовая доля неомыляемых веществ	1 %
Масло талловое дистиллированное	Кислотное число	2 мг KOH/г
	Массовая доля смоляных кислот	1 %
	Число омыления	2 мг KOH/г
Масло талловое сырое	Массовая доля смоляных кислот	1 %
	Массовая доля жирных кислот, смоляных кислот и неомыляемых веществ	2 %
	Массовая доля лигнина и механических примесей	0,2 %
	Массовая доля воды	0,2 %
Мыло сульфатное сырое	Массовая доля жирных кислот, смоляных кислот и неомыляемых веществ	2 %
	Массовая доля воды	2 %
	Массовая доля общей щелочи	0,3 %
Смола КЭМОН	Кислотное число	2 мг KOH/г
	Массовая доля золы	0,1 %

ПРИЛОЖЕНИЕ Ь
(справочное)

ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ ПРАВИЛ СТАНДАРТА

Б.1 Проверка достоверности результатов внутрилабораторного контроля

При определении кислотного числа живичной канифоли получены следующие результаты

X_1 = 165,7 мгКОН/г и X_2 = 175,3 мг КОН/г,

$d_{нд}$ - 2,2 мгКОН/г (ГОСТ 17823 1)

Фактическое расхождение между результатами $d_ф$ составляет

$$d_ф = 175,3 - 165,7 = 9,6,\ d_ф > d_{нд}$$

Полученные результаты не являются достоверными

В этом случае дополнительно получают еще три результата

X_3 = 166,2, X_4 = 167 3, X_5 = 168,4

Проверим, следует ли исключить результат X_2 = 175,3

Для этого вычислим среднее арифметическое остальных четырех результатов $\overline{X}_4$

$\overline{X}_4 = (X_1 + X_3 + X_4 + X_5)/4 = (165,7 + 166,2 + 167,3 + 168,4)/4 = 166,9$

Вычислим разность между X_2 и $\overline{X}_4$

$$X_2 - \overline{X}_4 = 175,3 - 166,9 = 8,4 > d_{нд} = 2,2$$

Результат X_2 = 175,3 следует исключить

Проверим, согласуются ли между собой четыре оставшиеся результата

Вычислим среднее арифметическое результатов X_1, X_3 и X_4

$$\overline{X}_3 = (X_1 + X_3 + X_4)/3$$

$\overline{X}_3 = (165,7 + 166,2 + 167,3)/3 = 499,2/3 = 166,4,$

$X_5 - \overline{X}_3 = 168,4 - 166,4 = 2,0,$

$$2,0 < 2,2 = d_{нд}$$

Результат X_5 = 168,4 следует оставить

За результат испытания принимают среднее арифметическое четырех согласующихся между собой результатов

$$\overline{X}_и = (165,7 + 166,2 + 167,3 + 168,4)/4 = 166,9$$

Б.2 Разрешение спорной ситуации

При испытании партии живичной канифоли изготовитель определил значение кислотного числа

$$\overline{X}_и = 169,1 \text{ мг КОН/г}$$

Потребитель при входном контроле определил значение кислотного числа

$$\overline{X}_п = 167,7 \text{ мгКОН/г}$$

Имеет место спорная ситуация, т.к. норма стандарта (ГОСТ 19113) для высшего сорта — "не менее 169".

$$\begin{cases} \overline{X}_и = 169,1 > 169; \\ \overline{X}_п = 167,7 < 169. \end{cases}$$

Разность между результатами $\bar{X}_и - \bar{X}_п = 169,1 - 167,7 = 1,4$, что меньше $D = 2$ для этого показателя (приложение А) Обе стороны согласились разрешить спорную ситуацию по 5 4 настоящего стандарта

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_и + \bar{X}_п}{2} \quad \frac{169,1 + 167,7}{2} - 168,4$$

По показателю "кислотное число" партию канифоли следует считать соответствующей I сорту (норма стандарта — "не менее 168")

Б.3 Расчет внутризаводской нормы приемки

При производстве бутилацетата марки А контроль качества по показателю "массовая доля основного вещества" ведут методом газожидкостной хроматографии, норма по ГОСТ 8981 — "не менее 99,0 %"

Значение допустимых расхождений при межлабораторном контроле D составляет по ГОСТ 21533 — 0,3 %

С целью предупреждения спорных ситуаций принято решение ввести внутризаводскую норму приемки бутилацетата по этому показателю Нормы рассчитывают по формуле (6) настоящего стандарта

$$X_{взн} = 99,0 + 0,707 \quad 0,3 = 99,21 \ \%$$

УДК 665.947.2:006.354 ОКС 71.040.40 Л49 ОКСТУ 2409

Ключевые слова: продукты лесохимические, методы испытания, определение точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95.Сдано в набор 19.04.96. Подписано в печать 14.06.96.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 262 экз. С 3521. Зак. 282.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва,
Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru