МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Методический материал
в помощь метрологам



МОСКВА ТОО "ТОТ" 1996

gost.e-ecolog.ru

Настоящий методический материал содержит сведения об основных вопросах разработки и аттестации методик выполнения измерений на основе анализа, приведенного в приложении текста ГОСТ Р 8.563-96.

Составитель: Н.П.Миф



МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Методический материал в помощь метрологам

Москва
1996

ВВЕДЕНИЕ

В 1972 г. был утвержден ГОСТ 8.010-72 "ГСИ. Общие требования к стандартизации и аттестации методик выполнения измерений" и с этого времени в числе метрологических понятий появилась методика выполнения измерений (МВИ). В этот же период стало внедряться важное для метрологов понятие "единство измерений".

Введение в метрологическую практику МВИ было вызвано объективными причинами. Для обеспечения единства измерений недостаточно иметь поверенные средства измерений. Ведь погрешность измерений может содержать в качестве составляющих погрешности метода и вносимые оператором; на погрешность измерений существенно влияют условия эксплуатации средств измерений.

В результате работ в области МВИ появились методические документы и стандарты МВИ, начались работы по аттестации МВИ. Эти работы нашли отражение в отраслевых программах метрологического обеспечения.

В 1993 г. был принят Закон Российской Федерации "Об обеспечении единства измерений", статьи 9, 11 и 17 которого включают положения, относящиеся к МВИ. Упомянутый Закон выдвинул ряд новых требований к МВИ. В этой связи выявилась необходимость разработки государственного стандарта Российской Федерации ГОСТ Р 8.563-96 "ГСИ. Методики выполнения измерений" взамен Правил по метрологии ПР 50.2.001-94 "Правила применения межгосударственного стандарта ГОСТ 8.010-90 ГСИ. Методики выполнения измерений на территории Российской Федерации".

Постановлением Госстандарта от 23.05.96 N 329 ГОСТ Р 8.563-96 вводится в действие с 1 июля 1997 г. Этим же Постановлением ГОСТ 8.010-90 на территории Российской Федерации утрачивает силу с 1 июля 1997 г.

Требования ГОСТ Р 8.563-96 распространяются на вновь разрабатываемые и пересматриваемые МВИ, в т.ч. на методики количественного химического анализа (МКХА). Документы на МВИ, разработанные до введения в действие стандарта, остаются в силе вплоть до их пересмотра.

Стандарт не распространяется на МВИ, характеристики погрешности измерений по которым определяют в процессе или после их применения. Это вызвано тем, что погрешность измерений по таким МВИ не может быть определена до их применения и, таким образом, они не могут быть аттестованы до их использования. Подобные МВИ применяют в научных исследованиях, при проведении экспериментов и в других случаях, когда имеют место "разовые" процедуры измерений. Порядок разработки, применения и требования к указанным МВИ определяют ведомства или организации, разрабатывающие и применяющие эти МВИ. Для таких МВИ целесообразно разработать ведомственные нормативные или рекомендательные документы, регламентирующие требования и условия применения.

Если подобные МВИ будут применяться достаточно часто, то их необходимо переработать таким образом, чтобы имелась возможность оценивать погрешность измерений до использования и аттестовать в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-96.

1. ПОРЯДОК ВНЕДРЕНИЯ ГОСТ Р 8.563-96

Организации и предприятия до даты введения в действие стандарта должны составить перечни документов на МВИ, применяемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора в данной организации и на данном предприятии. Рекомендуемая форма перечня документов приведена ниже.

ПЕРЕЧЕНЬ
документов на МВИ, применяемых в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора
на _____
обозначение или наименование предприятия

NN п/п	Обозначение и наименование документа, в котором регламентирована МВИ	Наименование МВИ или измеряемой величины	Назначение МВИ	Цех, участок, технологический процесс	Отметка об аттестации МВИ, дата
1	МИ 2153 ГСИ. Плотность нефти при учетно-расходных операциях. Методика выполнения измерений	Плотность нефти	Расчетные операции с потребителями	Товарный склад	Свидетельство об аттестации N 21 от 06.11.94
15	Технические условия N XXXX на сплав ZZZZZ п. 5.3.2. Контроль характеристик сплава	Коэрцетивная сила по намагниченности	Контроль готовой продукции	Цех 5, участок термообработки	Аттестована 14.03.95

Большинство документов на МВИ, действовавших до даты введения в действие ГОСТ 8.563-96, не удовлетворяют требованиям этого стандарта. Поэтому организации и предприятия, применяющие МВИ, используемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, должны иметь планы (графики) отмены и пересмотра документов на МВИ, не удовлетвлетворяющих требованиям стандар-

та. В планы (графики) пересмотра или отмены, аттестации МВИ в первую очередь включаются документы на МВИ, предназначенные для широкого применения или МВИ ограниченного применения для выполнения измерений наиболее ответственных параметров.

Кроме того, в этих планах (графиках) должно быть предусмотрено проведение аттестации и, в необходимых случаях, стандартизация МВИ. Целесообразно также включать в планы (графики) подготовку специалистов предприятий, которые будут проводить аттестацию МВИ.

Если предполагается аттестация МВИ, используемых на других предприятиях или в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, то необходимо запланировать соответствующие мероприятия для осуществления аккредитации метрологических служб на право проведения аттестации МВИ.

2. МВИ И ДОКУМЕНТЫ НА МВИ

МВИ - совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известной погрешностью. Получение результатов измерений с известной погрешностью или с погрешностью, не превышающей допускаемых пределов (норм точности измерений), является одним из важнейших условий обеспечения единства измерений.

Таким образом, МВИ, отвечающие современным требованиям, играют решающую роль в обеспечении единства измерений.

Как видно из определения под МВИ понимают технологический процесс измерений. Поэтому не следует смешивать МВИ и документ на МВИ.

Не все МВИ описаны или регламентированы документом на МВИ. Для измерений давления с помощью показывающих манометров, электрических величин щитовыми приборами, линейно-угловых и многих других величин с помощью простых средств измерений не требуются документированные МВИ.

В этих случаях достаточны лишь указания в конструкторской, технологической или проектной документации типов и основных метрологических характеристик средств измерений.

Такое же положение имеет место при выполнении многих измерений с помощью автоматических средств измерений и измерительных каналов ИИС и АСУ ТП. В этих случаях МВИ реализуются алгоритмами и программными средствами, "заложенными" в эти технические средства и не требуют регламентации как измерительного процесса в документах на МВИ.

Необходимость регламентации МВИ в соответствующем документе устанавливает разработчик конструкторской, технологической или проектной документации. Изложение МВИ в документе может потребовать заказчик (потребитель) при разработке продукции или объекта, о чем целесообразно указывать в техническом задании на разработку.

3. РАЗРАБОТКА МВИ

Процедура разработки МВИ, включающая экспертизу, аттестацию и стандартизацию МВИ, в общем виде показана на схеме рис.1.



Рис. 1

Разработка, согласование и утверждение технического задания (ТЗ) на разработку МВИ осуществляется в случаях, когда предполагается регламентировать МВИ в отдельном документе. Если МВИ предполагается регламентировать в разделе (пункте) документа на продукцию (технологический процесс и т.п.), то в ТЗ на разработку продукции целесообразно включить соответствующие требования к МВИ.

Как минимум в таких ТЗ необходимо указать требования к точности измерений либо требования к достоверности измерительного контроля или погрешности результатов испытаний, исходя из которых известными способами могут быть установлены пределы допускаемых значений характеристик погрешности измерений.

Типичные требования на разработку МВИ, которые целесообразно включить в ТЗ, приведены в ГОСТ Р 8.563-96 (п.5.1). В их числе следующие:

- назначение МВИ, из которого можно установить возможность использования МВИ в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора;
- пределы измерений;
- пределы допускаемой погрешности измерений;
- характеристики объекта измерений (например, температура жидкости, давление или уровень которой измеряется);
- условия измерений (температура, влажность, давление окружающего воздуха, характеристики источника питания средств измерений, наличие внешних электромагнитных полей, вибрация в местах установки средств измерений и др.);
- вид индикации и формы регистрации результатов измерений;
- требования к автоматизации измерительных процедур;
- требования к обеспечению безопасности выполнения работ;
- другие требования в соответствии со спецификой МВИ.

Немаловажную роль для разработки МВИ играют исходные данные. Основные исходные данные указываются в ТЗ на разработку. Если ТЗ по каким-либо причинам отсутствует, то для разработки МВИ необходимы исходные данные, приведенные выше. В дополнение к этому могут потребоваться следующие сведения:
- наличие у пользователя МВИ средств измерений, в том числе утвержденных типов, других технических средств, в том числе средств вычислительной техники, которые могут быть использованы при измерениях;
- наличие эталонов для поверки (калибровки) средств измерений, которые могут быть использованы в МВИ;
- квалификация операторов, выполняющих измерения;
- другие данные в соответствии со спецификой МВИ.

При разработке МВИ одним из основных исходных требований является требование к точности измерений. В ряде нормативных документов приводятся требования к точности измерений в наиболее распространенных технологических процессах. Так в машиностроении действует ГОСТ 8.051-81 "ГСИ. Погрешности, допускаемые при измерении линейных размеров до 500 мм"; в теплоэнергетике применяют РД 34.11.321-88 "Нормы точности измерений технологических параметров тепловых электростанций".

Однако, часто такие требования в явном виде отсутствуют и их необходимо установить, исходя из требований к достоверности измерительного контроля или погрешности результатов испытаний, требований к другим результатам реализации информационных и управляющих функций системы управления либо к самому объекту контроля (например, к точности вычисления технико-экономических показателей).

Связи погрешности измерений с характеристиками достоверности контроля и погрешностью испытаний рассмотрены в Методических указаниях МИ 1317-86 "ГСИ. Результаты и характеристики погрешности

измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров".

Наиболее часто на практике в качестве исходных данных для установления требований к точности измерений при контроле используют допуск на контролируемый параметр. Считается удовлетворительным соотношение между пределом погрешности измерений и границей симметричного поля допуска 1:5, в ряде случаев 1:4. При соотношении 1:3 вводится контрольный (суженный) допуск на контролируемый параметр.

Требования к точности измерений устанавливают в виде пределов допускаемых значений характеристик абсолютной или относительной погрешности измерений. Форма приведенной погрешности измерений не используется (эта одна из форм выражения погрешности средств измерений).

Наиболее распространенным способом выражения требований к точности измерений являются границы допускаемого интервала, в котором с заданной вероятностью P должна находиться погрешность измерений.

Если границы симметричны, то перед их одним числовым зачением ставятся знаки плюс-минус. Если заданное значение вероятности равно единице (P = 1), то в качестве требований к точности измерений используются пределы допускаемых значений погрешности измерений, при этом веротность P = 1 не указывается.

Другие способы выражения требований к точности измерений в зависимости от использования результатов измерений приведены в Методических указаниях МИ 1317-86.

Одним из этапов разработки МВИ является выбор или разработка метода и средств измерений.

В ряде технических документов приводятся рекомендации по применению средств измерений в некоторых технологических процессах. Так в мащиностроении действует РД 50-98-86 "Выбор универсальных средств измерений линейных размеров до 500 мм (по применению ГОСТ 8.051-81)".

Если для разработки конкретных МВИ такие документы отсутствуют, то выбор метода и средств измерений представляет собой многовариантную задачу. Ее рациональное решение соответствует минимальным затратам на измерения, включая затраты на метрологическое обслуживание средств измерений, при условии выполнения заданных требований к МВИ, в т.ч. требований к точности измерений.

Обычно эта задача решается итерационным путем. Предварительно выбирают метод и средства измерений, которые могут быть применены в заданных условиях, т.е. метод и средства измерений заведомо удовлетворяют всем заданным требованиям (точность измерений предполагается удовлетворительной). Далее производится оценивание погрешности измерений. Обычно предварительный этап оценивания погрешности измерений выполняется расчетным способом.

Если оцененные характеристики погрешности измерений не превышают допускаемых пределов и незначительно меньше этих пределов, то погрешность измерений считается удовлетворительной и ее характеристики приписываются данной МВИ.

Если оцененные характеристики погрешности измерений существенно меньше допускаемых пределов (например, граница погрешности составляет менее 0,5 предела допускаемых значений), то выбранные метод и средства измерений нерациональны по экономическим соображениям. В этом случае целесообразно выбрать менее точные метод и средства измерений, если затраты на измерения, включая затраты на метрологическое обслуживание этих средств измерений, существенно меньше, чем в предварительном варианте. Далее производят новое оценивание погрешности измерений и, если оцененные характеристики погрешности несущественно меньше пределов допускаемых значений, то выбор метода и средств измерений можно считать законченным.

Если при первом или последующих оцениваниях характеристики погрешности превышают пределы допускаемых значений, то необходимо выбрать более точные метод и средства измерений и произвести приведенные выше операции до тех пор, пока погрешность измерений не станет несущественно меньше пределов допускаемых значений.

При разработке МВИ целесообразно пользоваться Рекомендацией МИ 1967-89 "ГСИ. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения".

Необходимо помнить, что в МВИ, используемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, а также для контроля состояния сложных технических систем, должны применяться средства измерений, типы которых утверждены в соответствии с Правилами по метрологии ПР 50.2.009-94 "ГСИ. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений" и нормативного документа "Порядок проведения, оформления, рассмотрения результатов испытаний и утверждения типа средств измерений, не предназначенных для серийного производства или ввозимых из-за рубежа единичными экземплярами".

Для выбора таких средств измерений целесообразно использовать публикации "Новые средства измерений, допущенные к серийному производству в СССР и ввозу партиями из-за рубежа". ВНИИМС, 1991, выпуски 1, 2 и 3, а также сообщения в журнале "Измерительная техника" об утвержденных типах средств измерений (начиная с 1991 г.).

Если в методиках количественного химического анализа (МКХА) предусматривается градуировка средств измерений с помощью стандартных образцов или аттестованных смесей, то их применение должно отвечать правилам, указанным в ГОСТ 8.315-91 "ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения. Порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения" и Рекомендации МИ 2334-95 "ГСИ. Аттестованные смеси. Порядок разработки, аттестации и применения".

Необходимым и обычно наиболее сложным этапом является оценивание погрешности измерений. Оценивание погрешности измерений начинают с анализа возможных источников и составляющих погрешности измерений. Типичные источники и составляющие погрешности измерений приведены в приложении "А" ГОСТ Р 8.563. Следует обратить внимание на возможность наличия методических составляющих погрешности при косвенных методах измерений.

Необходимо иметь в виду, что характеристики погрешности измерений могут быть приписаны измерениям, выполняемым по регламентированным методикам выполнения измерений. Приписанная характеристика погрешности измерений - характеристика погрешности любого результата совокупности измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики.

Кроме того, характеристики погрешности измерений могут указываться для конкретного экспериментально полученного результата измерений (статистическая оценка характеристики погрешности измерений). Приписанные значения и статистические оценки погрешности не следует смешивать с нормами точности измерений, т.к. методы их установления и использование разные.

После анализа возможных источников и составляющих погрешности измерений производят выбор расчетной, экспериментальной или расчетно-экспериментальной процедуры оценивания погрешности измерений.

Расчетные методы оценивания погрешности измерений используют в тех случаях, когда нет условий для применения экспериментальных методов. Чем полнее и конкретнее исходные данные, тем точнее результаты расчета погрешности измерений, тем ближе расчетные характеристики погрешности измерений к действительным характеристикам.

Корректные методы расчета погрешности измерений требуют подробной исходной информации о характеристиках случайных и систематических состаляющих погрешностей средств измерений и вспомогательных устройств, о частотных спектрах измеряемой и внешних влияющих величин. Такими сведениями в большинстве случаев разработчики МВИ не располагают. Ограниченная исходная информация приводит к определенной неточности результатов расчета погрешности измерений.

К расчетным методам оценивания погрешности измерений относится и имитационное моделирование разброса или нестабильности метрологических характеристик средств измерений, влияния внешних факторов и динамики изменений измеряемой величины на погрешность измерений.

Экспериментальные методы оценивания погрешности измерений применяются при выполнении следующих условий:

- имеются средства измерений измеряемой величины с погрешностью, которую можно считать несущественной в реальных условиях эксперимента по оцениванию погрешности измерений;

- имеется возможность создать все существенные комбинации внешних влияющих величин и значений самой измеряемой величины, характерные для разрабатываемой МВИ.

В результате эксперимента получают "статистические оценки" погрешности измерений или ее составляющих, относящиеся к конретным объекту измерений, экземплярам средств измерений, значениям внешних влияющих величин и т.п.. Чтобы получить "приписанные" значения характеристик погрешности измерений, экспериментальные исследования погрешности необходимо осуществлять на представительной выборке объектов, средств и условий измерений.

Обычно прямое экспериментальное оценивание погрешности измерений в реальных (производственных) условиях измерений практически неосуществимо из-за недоступности точки отбора информации об измеряемой величине (входа датчика), отсутствия средств измерений необходимой точности, способных работать в этих условиях, и других ограничений. В производственных условиях экспериментальным способом можно оценить погрешность лишь части измерительного канала, т.е. некоторые составляющие погрешности измерений.

Необходимо также иметь в виду, что экспериментальное оценивание погрешности измерений и ее составляющих дает также приближенные результаты из-за невозможности полностью выполнить приведенные выше условия.

Наиболее рациональной процедурой оценивание погрешности измерений при разработке большинства МВИ является расчетно-экспериментальная процедура. Эта процедура заключается в расчетном или экспериментальном оценивании составляющих погрешности измерений и дальнейшем расчетном суммировании этих составляющих. Экспериментальными методами оцениваются те составляющие погрешности измерений, для которых могут быть выполнены указанные выше условия.

Рациональный алгоритм процедуры расчетно-экспериментального оценивания погрешности измерений приведен в Рекомендации МИ 2232-92 "ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оценивание погрешности измерений при ограниченной исходной информации". При оценивании погрешности результатов количественного химического анализа целесообразно использовать Рекомендацию МИ 2336-95 "ГСИ. Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритм оценивания". В приложении Б ГОСТ Р 8.563 приведены типичные способы оценивания характеристик погрешности измерений по МКХА.

В ряде случаев при использовании результатов измерений возможно использование некоторых способов уменьшения погрешности измерений.

Типичные способы уменьшения погрешности измерений:

- внесение в результаты измерений поправок (если систематическая составляющая существенна и незначительно изменяется в течение интервала времени действия поправки);

- использование среднего значения результатов многократных из мерений (при существенной случайной составляющей погрешности).

Последний способ применяется при относительно высокочастотной случайной составляющей погрешности измерений, когда погрешности результатов однократных измерений могут считаться независимыми (слабо коррелированными). Например, первый способ применим при измерениях температуры с помощью термопар, когда их погрешности составляют основную часть погрешности измерений. Погрешности термопар после года их эксплуатации изменяются очень медленно. Поэтому для повышения точности в результаты измерений целесообразно вводить поправки на отклонения от номинальных характеристик конкретных термопар. Эти поправки могут быть получены при их периодических поверках (калибровках).

В разрабатываемые МВИ целесообразно включить методы оперативного контроля точности измерений. Методы оперативного контроля точности получаемых результатов измерений обычно применяют в МКХА. Для этого контроля используются характеристики погрешности или ее составляющих. Процедуры оперативного контроля в МКХА разрабатывают по Рекомендации МИ 2335-95 "ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа".

Оперативный контроль нарушений точности результатов измерений в автоматизированных системах может осуществляться с помощью косвенных показателей:

- по результатам тестирования автоматизированных систем управления или их подсистем;

- по невязкам в балансе материальных и энергетических потоков в системах трубопроводов или сетях;

- по расхождениям показаний дублирующих приборов;

- по выходу измеренных значений параметров за установленные границы при нормальном протекании технологического процесса, что может фиксироваться средствами измерений других параметров;

- по превышению скорости изменения результатов измерений максимально физически возможной скорости изменения параметра.

Выбор или разработка методов и средств поверки (калибровки) средств измерений осуществляется, если для используемых в МВИ (МКХА) средств измерений отсутствуют нормативные или рекомендательные документы на методы и средства поверки. Для этих целей может быть использован "Автоматизированный указатель комплектов средств поверки" (АИС "Указатель КСП"), разработанный ВНИИМС.

При разработке методов и средств поверки необходимо обеспечить их "привязку" к поверочной схеме в данном виде измерений.

Если типы используемых в МВИ средств измерений не утверждены и не внесены в Государственный реестр средств измерений, то необходимо

провести испытания этих средств измерений в соответствии с Правилами ПР 50.2.009-94 "ГСИ. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений" и нормативного документа "Порядок проведения, оформления, рассмотрения результатов испытаний и утверждения типа средств измерений, не предназначенных для серийного производства или ввозимых из-за рубежа единичными экземплярами". Указанное положение относится к МВИ, применяемым в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора.

Завершающим этапом является разработка, экспертиза и утверждение документа на МВИ.

Виды документов на МВИ и основные требования к ним приведены в ГОСТ Р 8.563 (п.4.2); рекомендации по построению и изложению отдельных документов на МВИ приведены в приложении В. Эти рекомендации могут быть использованы при изложении МВИ в разделах или частях общего документа (в разделе ТУ, стандарта, конструкторского или технологического документа).

Положения, изложенные в документе на МВИ, должны обеспечивать при их соблюдении выполнение требований к погрешности измерений и другим регламентированным характеристикам МВИ. В документе на МВИ вместо требований к погрешности измерений могут быть указаны приписанные характеристики погрешности измерений.

Часть МВИ регламентируют в стандартах. Стандартизация МВИ осуществляется в соответствии с положениями государственной системы стандартизации Российской Федерации (ГОСТ Р 1) и требованиями ГОСТ Р 8.563. После окончания разработки государственного стандарта в пояснительной записке к комплекту документов, представляемых в Госстандарт России для утверждения стандарта, должны указываться выводы по результатам проведенных исследований, аттестации или экспертизы МВИ. Эти сведения проверяются НИИ Госстандарта, подготавливающим проект стандарта к утверждению, на соответствие МВИ предъявляемым требованиям.

4. МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ЭКСПЕРТИЗА ДОКУМЕНТОВ НА МВИ

Метрологическая экспертиза МВИ - это анализ и оценка выбора методов и средств измерений, операций и правил проведения измерений и обработки их результатов с целью установления соответствия МВИ предъявляемым метрологическим требованиям.

К документам на МВИ, которые подвергаются обязательной метрологической экспертизе, относятся следующие.

Проекты государственных стандартов, в которых излагаются МВИ, предназначенные для применения в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, должны подвергаться метрологической экспертизе в государственных научных метрологических центрах (ГНМЦ). Данная экспертиза не проводится, если ГНМЦ ранее аттестовал стандартизуемую МВИ.

Другие документы на МВИ, применяемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, подвергают метрологической экспертизе в ГНМЦ по согласованию между Госстандартом и ведомствами либо предприятием и ГНМЦ.

Документы на МВИ, предназначенные для применения в Вооруженных Силах Российской Федерации и других войсках, подлежат метрологической экспертизе в 32 НИЦ Минобороны России.

Документы на МВИ, не используемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, подвергают метрологической экспертизе в порядке, установленном в ведомстве или на предприятии.

При проведении метрологической экспертизы документов на МВИ целесообразно использовать Рекомендацию МИ 2267-93 "ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Метрологическая экспертиза технической документации".

5. АТТЕСТАЦИЯ МВИ

Аттестация МВИ - это процедура установления и подтверждения соответствия МВИ предъявляемым к ней метрологическим требованиям. Необходимо отличать аттестацию от метрологических исследований МВИ. В результате метрологических исследований устанавливаются метрологические характеристики, а при аттестации на основе результатов исследований делается вывод о соответствии МВИ заданным требованиям или приписанным характеристикам (регламентированным в документе на МВИ).

Аттестации подвергаются в обязательном порядке МВИ, применяемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, а также для контроля состояния сложных технических систем, на которые распространяется ГОСТ Р 22.2.04-94, регламентированные в документе на МВИ. Согласно ГОСТ Р 22.2.04 сложной технической системой считается техническая система (объект), представляющий собой совокупность взаимодействующих, функционально независимых подсистем, предназначенных для достижения общей (конкретной) цели.

Аттестация МВИ, применяемых вне сфер распространения государственного метрологического контроля и надзора, производится в порядке, установленном в ведомстве или на предприятии. Необходимость аттестации таких МВИ может определяться заказчиком или указываться в техническом задании на разработку объекта (МВИ).

Аттестацию МВИ, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, осуществляют:

- государственные научные метрологические центры;
- органы государственной метрологической службы;

- метрологические службы и иные организационные структуры по обеспечению единства измерений, аккредитованные на право выполнения аттестации МВИ.

Аттестацию МВИ, применяемых вне сфер распространения государственного метрологического контроля и надзора, осуществляют:

- государственные научные метрологические центры;
- органы государственной метрологической службы;
- метрологические службы и иные организационные структуры по обеспечению единства измерений предприятий (организаций), разрабатывающих или применяющих МВИ.

Если метрологическая служба (структура) выполняет аттестацию МВИ, применяемую на других предприятиях, то эта метрологическая служба должна быть аккредитована на право выполнения аттестации МВИ.

Аккредитация метрологических служб (структур) предприятий и организаций осуществляется в соответствии с Правилами по метрологии ПР 50.2.013-94 "ГСИ. Порядок аккредитации метрологических служб юридических лиц".

Основные процедуры аттестации МВИ состоят в следующем. На аттестацию МВИ представляют:

- исходные требования (техническое задание) на разработку МВИ, в том числе требования к точности измерений и условиям измерений;
- документ (проект документа) на МВИ;
- программу и результаты экспериментального или расчетного оценивания характеристик погрешности измерений, если оно проводилось при разработке МВИ.

Аттестация МВИ осуществляется путем метрологической экспертизы документации, теоретических или экспериментальных исследований МВИ. Выбор способа аттестации определяется сложностью МВИ и опытом аттестации аналогичных МВИ.

При экспертизе документа на МВИ целесообразно проанализировать объект измерений с целью определения, насколько назначение МВИ и измеряемая величина соответствуют задаче контроля (управления) объекта (контролируемому параметру). Результаты анализа используют при необходимости для уточнения назначения МВИ и формулировки измеряемой величины.

Экспертиза документа на МВИ включает оценивание полноты и четкости требований к условиям измерений. При этом может возникнуть необходимость ограничения области применения МВИ.

При экспертизе документа на МВИ, которая будет использоваться в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, а также для контроля состояния сложных технических систем, необходимо проверить утверждение типов средств измерений. Такая проверка может быть осуществлена по Государственному реестру средств измерений, который находится во ВНИИМС Госстандарта России.

В части средств измерений анализируется полнота и обоснованность требований к метрологическим характеристикам.

Если представлены расчеты или результаты экспериментального оценивания погрешности измерений, то эти материалы подвергают анализу с целью учета всех существенных факторов, влияющих на погрешность измерений, и определения корректности методов ее оценивания.

Теоретические и экспериментальные исследования МВИ в большей своей части заключаются в оценивании погрешности измерений.

При положительных результатах экспертизы или исследований МВИ документ на МВИ утверждают в установленном порядке. Об аттестации МВИ, изложенной в отдельном документе, в этом документе указывается:

******

"МВИ аттестована, _____ (дата)"

***** - обозначение или наименование предприятия, метрологическая служба которого осуществила аттестацию МВИ, либо государственного научного метрологического центра или органа Государственной метрологической службы, выполнившего аттестацию МВИ.

Если несколько МВИ изложены в разделах или частях общего документа, то об аттестации МВИ в этом документе указывается:

******

"МВИ (п.п. .....) аттестованы, _____ (дата)"

При положительных результатах аттестации МВИ, применяемой в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора а также для контроля состояния сложных технических систем, оформляют свидетельство об аттестации МВИ, рекомендуемая форма которого приводится в приложении "Г" ГОСТ Р 8.563-96. Для других МВИ свидетельство об аттестации оформляют по требованию заказчика.

Разработчикам МВИ целесообразно иметь нормативные и рекомендательные документы, приведенные в приложении "Е" ГОСТ Р 8.563, а также документы и справочные материалы, исходя из специфики измеряемой величины, объекта контроля и управления и других исходных данных.

Приложение

ГОСТ Р 8.563-96

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

State system for ensuring the uniformity of measurements
Procedures of measurements

Дата введения 01.07.97

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вновь разрабатываемые и пересматриваемые методики выполнения измерений (далее - МВИ), включая методики количественного химического анализа (далее - МКХА), и устанавливает общие положения и требования к их разработке, аттестации, стандартизации и метрологическому надзору за ними.

Стандарт не распространяется на МВИ, характеристики погрешности измерений по которым определяют в процессе или после их применения. Порядок разработки и применения, а также требования к указанным МВИ определяют ведомства, разрабатывающие и применяющие эти МВИ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения;

ГОСТ 8.315-91 ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения;

ГОСТ 10160-75 Сплавы прецизионные магнито-мягкие. Технические условия;

ГОСТ Р 1.5-92 Государственная система стандартизации Российской Федерации. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов;

ГОСТ Р 22.2.04-94 Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Техногенные аварии и катастрофы. Метрологическое обеспечение контроля состояния сложных технических систем. Основные положения и правила.

3 Определения и сокращения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 Методика выполнения измерений (МВИ) - совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известной погрешностью.

3.2 Аттестация МВИ - процедура установления и подтверждения соответствия МВИ предъявляемым к ней метрологическим требованиям.

3.3 Метрологическая экспертиза МВИ - анализ и оценка выбора методов и средств измерений, операций и правил проведения измерений и обработки их результатов с целью установления соответствия МВИ предъявляемым метрологическим требованиям.

3.4 ГСИ - Государственная система обеспечения единства измерений.

3.5 Приписанная характеристика погрешности измерений - характеристика погрешности любого результата совокупности измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики.

4 Общие положения

4.1 МВИ разрабатывают и применяют с целью обеспечения выполнения измерений с погрешностью, не превышающей требуемой или приписанной характеристики.

4.2 МВИ в зависимости от сложности и области применения излагают в:

- отдельном документе (стандарте, инструкции, рекомендации и т.п.);
- разделе или части документа (разделе стандарта, технических условий, конструкторского или технологического документа и т.п.).

5 Разработка МВИ

5.1 Разработку МВИ осуществляют на основе исходных данных, которые включают: назначение МВИ, требования к погрешности измерений, условия измерений и др. требования к МВИ.

Исходные данные излагают в техническом задании, технических условиях, отчетах о научно-исследовательской работе и др. документах.

5.1.1 В назначении МВИ указывают:

- область применения (объект измерений, в том числе наименования продукции и контролируемых параметров, а также область использования - для одного предприятия, для отрасли, для сети отраслевых или межотраслевых лабораторий и т.п.);
- наименование (при необходимости развернутое определение) измеряемой величины;
- характеристики измеряемой величины (диапазон и частотный спектр, значения неинформативных параметров и т.п.);

- характеристики объекта измерений, если они могут влиять на погрешность измерений (выходное сопротивление, жесткость в месте контакта с датчиком, состав пробы и т.п.).

5.1.2 Требования к погрешности измерений выражают в соответствии с рекомендацией [1]. В документе, регламентирующем МВИ, требования к погрешности измерений могут быть указаны путем ссылки на документ, где эти требования установлены.

Требования к погрешности измерений устанавливают с учетом всех ее составляющих (методической, инструментальной, вносимой оператором, возникающей при отборе и приготовлении пробы). Типичные составляющие погрешности измерений приведены в приложении А.

Если требования к погрешности измерений в явном виде не определены, то исходные требования должны содержать указания, позволяющие рационально выбрать методы и средства измерений и руководствоваться ими при аттестации МВИ (допуск на контролируемый параметр, показатели достоверности измерительного контроля и т.п.).

5.1.3 Условия измерений задают в виде номинальных значений и (или) границ диапазонов возможных значений влияющих величин. При необходимости указывают предельные скорости изменений или другие характеристики влияющих величин, а также ограничения на продолжительность измерений, число параллельных определений и т.п. данные.

Если при установлении исходных требований заранее известно, что измерения будут выполняться посредством измерительных систем, средства измерений которых находятся в разных местах, то условия измерений указывают для мест расположения всех средств измерений, входящих в измерительную систему.

5.2 Разработка МВИ, как правило, включает:

- выбор метода и средств измерений (в том числе стандартных образцов, аттестованных смесей), вспомогательных и других технических средств;
- установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислений окончательных результатов измерений;
- установление приписанных характеристик погрешности измерений;
- разработку нормативов и процедур контроля точности получаемых результатов измерений;
- разработку документа (раздела, части документа) на МВИ;
- метрологическую экспертизу проекта документа на МВИ;
- аттестацию МВИ;
- стандартизацию МВИ.

Примечание: Аттестация и стандартизация МВИ могут выполняться как самостоятельные работы.

5.2.1 Методы и средства измерений выбирают в соответствии с действующими документами по выбору методов и средств измерений данного вида, а при отсутствии таких документов - в соответствии с общими рекомендациями [2].

Если МВИ предназначена для использования в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, то типы выбранных средств измерений должны быть утверждены Госстандартом России в соответствии с [3], стандартные образцы в соответствии с ГОСТ 8.315, а аттестованные смеси в соответствии с [4].

5.2.2 Способы выражения приписанных характеристик погрешности измерений должны соответствовать заданным в исходных данных. Если требования к погрешности измерений не заданы, то приписанные характеристики погрешности измерений могут быть выражены в соответствии с рекомендациями [1].

Оценивание характеристик погрешности измерений может выполняться в соответствии с [5,6].

Если оценка погрешности измерений выходит за заданные пределы, то погрешность измерений может быть уменьшена в соответствии с рекомендациями [7].

При разработке МКХА способы оценивания характеристик погрешности измерений могут быть выбраны в соответствии с рекомендациями приложения Б и методики [8].

5.2.3 В документах (разделах, частях документов), регламентирующих МВИ, в общем случае указывают:

- назначение МВИ;
- условия измерений;
- требования к погрешности измерений или (и) приписанные характеристики погрешности измерений;
- метод (методы) измерений;
- требования к средствам измерений (в т.ч. к стандартным образцам, аттестованным смесям), вспомогательным устройствам, материалам, растворам или указывают типы средств измерений, их характеристики и обозначения документов, где приведены требования к средствам измерений (ГОСТ, ТУ и другие документы);
- операции при подготовке к выполнению измерений;
- операции при выполнении измерений;
- операции обработки и вычислений результатов измерений;
- нормативы, процедуру и периодичность контроля погрешности результатов выполняемых измерений;
- требования к оформлению результатов измерений;
- требования к квалификации операторов;
- требования к обеспечению безопасности выполняемых работ;
- требования к обеспечению экологической безопасности;
- другие требования и операции (при необходимости).

В документах на МВИ излагают требования и операции из числа перечисленных, обеспечивающие выполнение требований к погрешности измерений или приписанные характеристики погрешности измерений.

Примечания

1 В документах на МВИ, в которых предусмотрено использование конкретных экземпляров средств измерений и других технических средств, дополнительно указывают заводские (инвентарные и т.п.) номера экземпляров средств измерений и других технических средств.

2 Вместо приведенных в данном пункте сведений о МВИ в документе (разделах документов) могут быть даны ссылки на другие документы, в которых эти сведения указаны.

3 При разработке смесей используют рекомендации [4].

4 При разработке процедур контроля погрешности результатов количественного химического анализа используют рекомендации [9].

5 Рекомендации по построению и изложению отдельных документов на МВИ приведены в приложении В.

5.2.4 Документы на МВИ, не используемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, подвергают метрологической экспертизе в порядке, установленном в ведомстве или на предприятии. Документы на МВИ (кроме указанных в п.7.2), применяемые в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, подвергают метрологической экспертизе в государственных научных метрологических центрах. Необходимость и порядок проведения такой экспертизы устанавливают по согласованию между Госстандартом России и ведомствами либо предприятием и государственным научным метрологическим центром.

Документы на МВИ, предназначенные для применения в Вооруженн ных Силах Российской Федерации и других войсках, подлежат метрологической экспертизе в 32 НИЦ Минобороны России.

Метрологическую экспертизу документов на МВИ не проводят, если аттестация МВИ выполнена одним из государственных научных метрологических центров или 32 НИЦ Минобороны России.

6 Аттестация МВИ

6.1 Аттестации подлежат МВИ, используемые в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, а также для контроля состояния сложных технических систем в соответ ствии с ГОСТ Р 22.2.04, регламентированные в документе по п.4.2 настоящего стандарта.

МВИ, используемые вне сферы распространения государственного метрологического контроля и надзора, аттестуют в порядке, установленном в ведомстве или на предприятии.

6.2 Основная цель аттестации МВИ - подтверждение возможности измерений по данной МВИ с погрешностью измерений, не превышающей указанную в документе, регламентирующем МВИ.

6.3 Аттестацию МВИ осуществляют метрологические службы и иные организационные структуры по обеспечению единства измерений предприятий (организаций), разрабатывающих или применяющих МВИ.

Метрологическая служба (организационная структура) предприятия (организации), осуществляющая аттестацию МВИ, применяемую в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, должна быть аккредитована на право выполнения аттестации МВИ в соответствии с правилами [10].

Аттестацию МВИ могут осуществлять метрологические службы других предприятий (организаций), аккредитованные на право проведения аттестации МВИ в соответствии с правилами [10], а также государственные научные метрологические центры, органы Государственной метрологической службы и 32 НИЦ Минобороны России.

6.4 Аттестацию МВИ осуществляют на основе результатов метрологической экспертизы материалов разработки МВИ и документа (раздела, части документа), регламентирующего МВИ, и (или) теоретического и (или) экспериментального исследований МВИ.

6.5 На аттестацию МВИ представляют следующие документы:

- исходные требования на разработку МВИ;
- документ (проект документа), регламентирующий МВИ;
- программу и результаты экспериментального или расчетного оценивания характеристик погрешности МВИ, если оно проводилось.

6.6 При проведении метрологической экспертизы документа на МВИ могут быть использованы рекомендации [11].

6.7 При экспериментальном исследовании МВИ погрешность алгоритма преобразования результатов наблюдений в значения измеряемой величины может быть определена в соответствии с рекомендацией [12].

6.8 При положительных результатах аттестации:

- документ, регламентирующий МВИ, утверждают в установленном порядке;
- в документе, регламентирущем МВИ (кроме государственного стандарта), указывается "МВИ аттестована" с обозначением предприятия (организации), метрологическая служба которого осуществляла аттестацию, либо государственного научного метрологического центра или органа Государственной метрологической службы, выполнившего аттестацию МВИ;
- для МВИ, применяемой в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, а также для контроля состояния сложных технических систем в соответствии с ГОСТ Р 22.2.04 (кроме МВИ, регламентированных в государственных стандартах), оформляют свидетельство об аттестации МВИ в соответствии с приложением "Г"; для других МВИ свидетельство об аттестации оформляют по требованию заказчика.

7 Стандартизация МВИ

7.1 Разработку стандартов, в которых излагаются МВИ, выполняют в соответствии с положениями государственной системы стандартизации Российской Федерации и требованиями настоящего стандарта.

7.2 Проекты государственных стандартов, в которых излагаются МВИ, предназначенные для применения в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, должны подвергаться метрологической экспертизе в государственных научных метрологических центрах (ГНМЦ). Данная экспертиза не проводится, если ГНМЦ ранее аттестовал стандартизуемую МВИ.

7.2.1 На метрологическую экспертизу в ГНМЦ представляют проект государственного стандарта и по запросу ГНМЦ материалы разработки и исследований либо аттестации МВИ (отчеты, протоколы), в которых должны быть приведены сведения, по которым устанавливалось соответствие погрешности измерений заданным требованиям, либо определялись приписанные характеристики погрешности измерений и другие характеристики, влияющие на погрешность измерений.

Указанные сведения могут быть изложены в пояснительной записке к проекту стандарта.

7.3 В пояснительной записке к комплекту документов, представляемых в Госстандарт России для утверждения государственного стандарта, в котором регламентированы МВИ, должны указываться выводы по результатам проведенных исследований, аттестации или экспертизы МВИ, позволяющие установить соответствие МВИ предъявляемым требованиям, в том числе погрешности измерений. НИИ Госстандарта России, подготавливающий проект стандарта к утверждению в соответствии с [13], осуществляет контроль наличия материалов, подтверждающих соответствие погрешности измерений и других характеристик заданным требованиям или приписанным значениям.

8 Метрологический надзор за аттестованными МВИ

8.1 Аттестованные МВИ, применяемые в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, подлежат государственному метрологическому надзору в соответствии с [14].

8.2 Метрологический надзор за аттестованными МВИ осуществляют метрологические службы юридических лиц, применяющих МВИ, в соответствии с рекомендациями [15].

8.3 При осуществлении государственного метрологического надзора, выполняемого органами Государственной метрологической службы, либо метрологического надзора, выполняемого метрологическими службами юридических лиц, проверяют:

- наличие документа, регламентирующего МВИ, с отметкой или свидетельством об аттестации в соответствии с 6.8;

- соответствие применяемых средств измерений и других технических средств, условий измерений, порядка подготовки и выполнения измерений, обработки и оформления результатов измерений, указанным в документе, регламентирующем МВИ;

- соблюдение требований к процедуре контроля погрешности результатов измерений по МВИ, если такая процедура регламентирована;

- соответствие квалификации операторов, выполняющих измерения, регламентированной в документе МВИ;

- соблюдение требований по обеспечению безопасности труда и экологической безопасности при выполнении измерений.

8.4 При осуществлении государственного метрологического надзора проверяют наличие перечней документов на МВИ, а также в период внедрения стандарта наличие планов (графиков) отмены и пересмотра документов на МВИ, не удовлетворяющих требованиям настоящего стандарта, как это указано в приложении "Д".

Приложение А
(справочное)

Типичные составляющие погрешности измерений

А.1 Методические составляющие погрешности измерений

А.1.1 Неадекватность контролируемому объекту модели, параметры которой принимаются в качестве измеряемых величин.

А.1.2 Отклонения от принятых значений аргументов функции, связывающей измеряемую величину с величиной на "входе" средства измерений (первичного измерительного преобразователя).

А.1.3 Отклонения от принятых значений разницы между значениями измеряемой величины на входе средства измерений и в точке от бора.

А.1.4 Погрешность из-за эффектов квантования.

А.1.5 Отличие алгоритма вычислений от функции, строго связывающей результаты наблюдений с измеряемой величиной.

А.1.6 Погрешности, возникающие при отборе и приготовлении проб.

А.1.7 Погрешности, вызываемые мешающим влиянием факторов пробы (мешающие компоненты пробы, дисперсность, пористость и т.п.).

А.2 Инструментальные составляющие погрешности измерений

А.2.1 Основные погрешности и дополнительные статические погрешности средств измерений, вызываемые медленно меняющимися внешними влияющими величинами.

А.2.2 Погрешности, вызываемые ограниченной разрешающей способностью средств измерений.

А.2.3 Динамические погрешности средств измерений (погрешности, вызываемые инерционными свойствами средств измерений).

А.2.4 Погрешности, вызываемые взаимодействием средства измерений с объектом измерений и подключаемыми на его вход или выход средствами измерений.

А.2.5 Погрешности передачи измерительной информации.

А.3 Погрешности, вносимые оператором (субъективные погрешности)

А.3.1 Погрешности считывания значений измеряемой величины со шкал и диаграмм.

А.3.2 Погрешности обработки диаграмм без применения технических средств (при усреднении, суммировании измеренных значений и т.п.).

А.3.3 Погрешности, вызванные воздействием оператора на объект и средства измерений (искажения температурного поля, механические воздействия и т.п.).

А.4 Анализ составляющих погрешности измерений - по рекомендациям [2].

Приложение Б
(рекомендуемое)

Типичные способы оценивания характеристик погрешности измерений по МКХА

Б.1 Погрешность измерений по МКХА оценивают для всего диапазона определяемого компонента, для всех диапазонов сопутствующих компонентов и значений физических свойств объекта (далее - влияющие факторы пробы), а также условий выполнения количественного химического анализа, указываемых в документе на МКХА.

Б.2 Погрешность измерений по МКХА может быть оценена расчетным способом по известным (оцененным) значениям случайной и систематической составляющих погрешности.

Б.3 Систематическая составляющая погрешности измерений может быть оценена одним из следующих способов:

- применением набора образцов с известными характеристиками и их погрешностями (далее - образцов), составляемого с учетом указанных в МКХА предельных значений содержаний определяемого компонента и влияющих факторов пробы;
- применением метода варьирования навесок или разбавления проб в сочетании с методом одно- и многократных добавок определяемого и сопутствующих компонентов;
- применением другой МКХА с известными (оцененными) характеристиками погрешности измерений;
- суммированием численных значений составляющих систематической погрешности измерений расчетным способом.

Б.3.1 Применение набора образцов позволяет оценивать вклад в систематическую составляющую погрешности измерений каждого влияющего фактора пробы и приписывать МКХА значения систематической составляющей погрешности измерений с учетом пределов допускаемых значений варьирования всех влияющих факторов пробы. Общий химический состав набора образцов должен соответствовать области применения МКХА.

Содержание определяемого компонента и уровни влияющих факторов проб, охватываемые образцами набора, подбирают в соответствии с планом эксперимента (однофакторного или многофакторного).

Б.3.2 Способ с применением метода варьирования навесок или разбавления пробы в сочетании с методом одно- и многократных добавок определяемого и сопутствующих компонентов позволяет оценивать вклады в систематическую составляющую погрешности измерений каждым сопутствующим компонентом пробы и приписывать МКХА значения систематической составляющей погрешности измерений с учетом всех регламентированных диапазонов варьирования сопутствующих компонентов пробы.

Примечания

1 Способ обычно неприменим в случаях, когда пробы анализируют без предварительного растворения, сплавления или измельчения.

2 Использование способа с методом многократных добавок только определяемого компонента допустимо, если на стадии предварительных исследований или по априорным данным установлена незначительность вкладов в погрешность измерений влиянием сопутствующих компонентов.

Б.3.3 Метод сравнения с МКХА, характеризующейся известными (оцененными) характеристиками погрешности измерений (МКХА сравнения), применяется при следующих условиях:

- область применения МКХА сравнения совпадает или перекрывает область применения МКХА, погрешность которой оценивается;
- погрешность измерений по МКХА сравнения не превышает погрешности, указанной в требованиях к исследуемой МКХА;
- систематическая составляющая погрешности измерений незначительна по сравнению со случайной составляющей.

Б.3.4 Расчетный способ может быть применен при наличии информации о составляющих систематической погрешности на каждой стадии процедуры проведения анализа. При расчетном способе к факторам, вызывающим систематическую погрешность, относят и влияющие факторы методики, за исключением варьируемых при параллельных определениях.

Расчетный способ оценивания приводит, как правило, к завышенным оценкам погрешности измерений по МКХА.

Б.4 Случайная составляющая погрешности МКХА может быть установлена одним из следующих способов:

- на основе межлабораторного эксперимента, состоящего в проведении анализов одних и тех же проб или образцов, отвечающих области применения МКХА, при случайных вариациях влияющих факторов методики в регламентированных пределах (результаты анализа получа ют в разное время, различными операторами с использованием различных партий реактивов, различных экземпляров средств измерений, мерной посуды и образцов для градуировки и т.п.);
- на основе внутрилабораторного эксперимента, состоящего в проведении анализов одних и тех же проб или образцов, отвечающих области применения МКХА, при фиксированных значениях учитываемых влияющих факторов методики в регламентированных пределах.

Для МКХА, используемых на нескольких предприятиях, способ на основе межлабораторного эксперимента предпочтителен.

Приложение В
(рекомендуемое)

Построение и изложение отдельных документов на МВИ

В.1 Наименование документа на МВИ должно соответствовать требованиям ГОСТ Р 1.5.

Допускается отражать в наименовании специфику измерений величины.

Например: "ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. МАССА ГРУЗОВ, ПЕРЕВОЗИМЫХ ПО ЖЕЛЕЗНОЙ ДОРОГЕ. Методика выполнения измерений большегрузными платформенными весами".

При большом числе измеряемых величин применяют их обобщенное наименование, например:"ПАРАМЕТРЫ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ПОЛЯ В РАСКРЫВЕ ОСТРОНАПРАВЛЕННЫХ АНТЕНН".

В.2 Документ на МВИ должен содержать вводную часть и следующие разделы:

- требования к погрешности измерений или приписанные характеристики погрешности измерений;
- средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы;
- метод (методы) измерений;
- требования безопасности, охраны окружающей среды;
- требования к квалификации операторов;
- условия измерений;
- подготовка к выполнению измерений;
- выполнение измерений;
- обработка (вычисление) результатов измерений;
- контроль точности результатов измерений;
- оформление результатов измерений.

Допускается исключать или объединять указанные разделы или изменять их наименования, а также включать дополнительные разделы с учетом специфики измерений.

В.3 Вводная часть устанавливает назначение и область применения документа на МВИ.

В.3.1 Вводную часть излагают в следующей редакции: "Настоящий документ (указывают конкретно вид документа на МВИ) устанавливает методику выполнения измерений (далее - наименование измеряемой величины, в необходимых случаях с указанием ее специфики и специфики измерений)".

Для МКХА вводная часть может быть изложена, например, так: "Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрическую методику количественного химического анализа проб окисей редкоземельных металлов для определения в них содержания кобальта при массовой доле кобальта от $2*10^{-6}$ до $2*10^{-4}$ % ".

В.3.2 При ссылке на конкретную продукцию в вводной части указывают обозначение нормативного документа, распространяющегося на эту продукцию, например: "Настоящий документ (указывают конкретный вид документа на МВИ) устанавливает методики выполнения измерений при определении характеристик магнитомягких сплавов по ГОСТ 10160 в любой точке петли гистерезиса. К числу характеристик магнитомягких сплавов относят:

- коэрцитивную силу по индукции;
- коэффициент прямоугольности петли гистерезиса;
- коэрцитивную силу по намагниченности;
- температурные коэффициенты вышеперечисленных характеристик".

В.4 Раздел "Требования к погрешности измерений" или "Характеристики погрешности измерений" содержит числовые значения требуемых или приписанных характеристик погрешности измерений или ссылку на документ, в котором они приводятся.

В.4.1 Первый пункт раздела излагают в редакции: "Пределы допускаемой относительной погрешности измерений по данной методике 1,5 %" или "Погрешность измерений должна соответствовать требованиям, указанным в ....." (ссылка на нормативный документ).

При указании приписанных характеристик погрешности измерений вместо "Пределы допускаемой погрешности ..." излагают "Пределы погрешности ....", вместо "Погрешность измерений должна соответствовать требованиям, указанным в ....." излагают "Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в ....".

Если предполагается существенная случайная составляющая погрешности измерений, то вместо "пределов" указываются "границы", которые сопровождаются значением вероятности (например, $P = 0,95$).

Требования к погрешности измерений и приписанные характеристики погрешности измерений могут также быть выражены другими способами, указанными в [1].

В.4.2 Требования к погрешности измерений (приписанные характеристики) одной и той же величины могут быть различными для разных значений этой величины, разной продукции, разных условий измерений и использования результатов измерений. В этом случае, а так же для нескольких измеряемых величин требования к погрешности измерений (приписанные характеристики) приводят в форме таблиц, графиков или уравнений.

В.5 Раздел "Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы" содержит перечень средств измерений и других технических средств, применяемых при выполнении измерений.

В перечне этих средств наряду с наименованием указывают обозначения государственных стандартов (стандартов других категорий) или технических условий, обозначения типов (моделей) средств измерений, их метрологические характеристики (класс точности, пределы допуска-

емых погрешностей, пределы измерений и др.). При большом объеме метрологических характеристик они могут приводиться в приложении.

В.5.1 В приложении могут приводиться чертежи, технические характеристики и описания средств измерений и других технических средств разового изготовления.

В.5.2 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства: (далее - перечень)" или "При выполнении измерений применяют средства измерений и другие технические средства, приведенные в таблице В.1.

Таблица В.1

Порядковый номер и наименование средства измерений, технического средства	Обозначение стандарта, ТУ и типа средства измерений либо его метрологические характеристики, или ссылка на чертеж или приложение	Наименование измеряемой величины

В.6 Раздел "Метод измерений" содержит описание приемов сравнения измеряемой величины с единицей в соответствии с принципом, положенным в основу метода.

Если для измерений одной величины применяют несколько методов или документ устанавливает МВИ двух и более величин, то описание каждого метода выделяют в отдельный подраздел.

В.6.1 Первый пункт раздела (подраздела) излагают следующим образом: "Измерения (далее - наименование измеряемой величины) выполняют методом (далее следует описание физического принципа метода)".

В.7 Раздел "Требования безопасности, охраны окружающей среды" содержит требования, выполнение которых обеспечивает при выполнении измерений безопасность труда, нормы производственной санитарии и охрану окружающей среды.

В.7.1 При наличии нормативных документов, регламентирующих требования безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды, в разделе приводят ссылку на эти документы.

В.7.2 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "При выполнении измерений (далее - наименование измеряемой величины) соблюдают следующие требования: (далее перечисляют требования безопасности, производственной санитарии, охраны окружающей среды)".

В.8 Раздел "Требования к квалификации операторов" содержит сведения об уровне квалификации (профессии, образовании, практическом опыте и др.) лиц, допускаемых к выполнению измерений. Этот раздел включают в документ на МВИ при использовании сложных неавтоматизированных методов измерений и процедур обработки их результатов.

В.8.1 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "К выполнению измерений и (или) обработке их результатов допускают лиц (далее - сведения об уровне квалификации)".

В.9 Раздел "Условия измерений" содержит перечень влияющих величин, их номинальных значений и (или) границ диапазонов возможных значений, а также другие характеристики влияющих величин, требования к объекту измерений. К числу влияющих величин относят параметры сред (образцов), напряжение и частоту тока питания, внутренние импедансы объектов измерений и другие характеристики.

Допускается перечни влияющих величин приводить в виде таблицы.

В.9.1 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "При выполнении измерений соблюдают следующие условия: (далее - перечень)" или "При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в таблице В.2.

Таблица В.2

Наименование измеряемой величины	Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельные отклонения

В.10 Раздел "Подготовка к выполнению измерений" содержит описания подготовительных работ, которые проводят перед выполнением непосредственно измерений. К этим работам относят предварительное определение значений влияющих величин, сборку схем (для этого в разделе или приложении приводят схемы), подготовку и проверку режимов работы средств измерений и других технических средств (установка нуля, выдержка во включенном состоянии, тестирование и т.п.), подготовку проб к измерениям.

В.10.1 Если при выполнении количественного химического анализа предусматривается установление градуировочной характеристики, то в разделе приводят способы ее установления и контроля, а также порядок применения образцов для градуировки, приготовления образ цов в виде смесей.

В.10.2 Если порядок подготовительных работ установлен в документах на средства измерений и другие технические средства, то в разделе приводят ссылки на эти документы.

В.10.3 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: (далее - перечень и описания подготовительных работ)".

В.11 Раздел "Выполнение измерений" содержит перечень, объем, последовательность операций, периодичность и число измерений, описания операций, требования к представлению промежуточных и конечных результатов (число значащих цифр и др.).

Для МКХА в разделе приводят также требования к массе и числу навесок пробы, а при необходимости указания о проведении "контроль-

ного опыта" и описание операций по устранению влияния мешающих компонентов пробы.

В.11.1 Если порядок выполнения операций установлен в документах на применяемые средства измерений и другие технические средства, то в разделе приводят ссылки на эти документы.

В.11.2 Если для измерений одной величины применяют несколько методов или документ устанавливает МВИ двух и более величин, то описание каждой операции выделяют в отдельный подраздел.

В.11.3 В разделе (подразделе) указывают требования о необходимости регистрации результатов промежуточных измерений и значений влияющих величин. При необходимости указывают формы регистрации промежуточных результатов измерений и значений влияющих величин.

В.11.4 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "При выполнении измерений (далее - наименование измеряемой величины) выполняют следующие операции: (далее - описания операций)".

В.12 Раздел "Обработка (вычисление) результатов измерений" содержит описания способов обработки и получения результатов измерений. Если способы обработки результатов измерений установлены в других документах, в разделе приводят ссылки на эти документы, на пример: "Обработка результатов измерений (далее наименование измеряемой величины) - по ГОСТ 8.207".

В.12.1 Если для измерений одной величины применяют несколько методов или документ устанавливает МВИ двух и более величин, то описание каждого способа обработки выделяют в отдельный подраздел.

В.12.2 В разделе при необходимости приводят данные, требуемые для получения результатов измерений (константы, таблицы, графики уравнения и т.п.). При большом объеме данных их указывают в приложении.

В.12.3 В разделе указывают требования о необходимости регистрации обработки результатов промежуточных измерений и при необходимости указывают форму такой регистрации (на магнитной ленте, распечатке принтера и т.п.).

В.12.4 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "Об работку результатов измерений (далее - наименование измеряемой величины) выполняют способом: (далее - описание способа)".

В.13 Раздел "Контроль точности результатов измерений" содержит указания о нормативах, методах, средствах и плане проведения первичного (оперативного) и периодического (статистического) контроля погрешности результатов измерений, выполняемых по данной МВИ.

В.14 Раздел "Оформление результатов измерений" содержит требования к форме, в которой приводят полученные результаты измерений. В разделе указывают вид носителя полученной измерительной информации (документ, магнитная лента, лента самопишущего прибора и т.п.). При необходимости приводят сведения о применяемых средствах измерений и других технических средствах, дате и времени получения результата измерений.

В.14.1 Документ или запись удостоверяет лицо, проводившее измерения, а при необходимости - руководитель организации (предприятия), подпись которого заверяют печатью организации (предприятия).

В.14.2 Первый пункт раздела излагают следующим образом: "Результаты измерений оформляют протоколом, форма которого приведена в приложении (номер приложения)", или "Результаты измерений оформляют записью в журнале по указанной ниже форме (далее - таблица, график или другая форма представления результатов измерений)", или "Результаты измерений хранят (далее - указание о способах хранения на машинных носителях)".

Приложение Г
(рекомендуемое)

ФОРМА СВИДЕТЕЛЬСТВА ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

_____

наименование и реквизиты организации (предприятия),

_____

проводившей аттестацию МВИ

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации МВИ

Методика выполнения измерений _____

наименование измеряемой величины;

_____,

при необходимости указывают объект и метод измерений

разработанная _____

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

и регламентированная в _____

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

Аттестация осуществлена по результатам _____

вид работ:

_____

метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или

_____

экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

_____

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (при необходимости

_____

ее составляющих, нормативы контроля точности результатов измерений и т.п.)

Руководитель организации
(предприятия)

личная подпись **Расшифровка подписи**

печать _____ _____ **дата**

Приложение Д
(обязательное)

Порядок введения в действие настоящего стандарта

Д.1 Документы на МВИ, разработанные до введения в действие стандарта, на которые распространяется стандарт, остаются в силе вплоть до их пересмотра.

Д.2 Организации и предприятия до даты введения в действие стандарта составляют перечни документов на МВИ, применяемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора в данной организации и на данном предприятии.

Допускается совмещать перечни документов на МВИ с перечнями применяемых средств измерений, которые подлежат поверке.

Д.3 До даты введения в действие стандарта организации и предприятия, применяющие МВИ, используемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, должны разработать планы (графики) отмены и пересмотра документов на МВИ, не удовлетвлетворяющих требованиям настоящего стандарта, проведения аттестации и в необходимых случаях стандартизации МВИ.

В планы (графики) целесообразно также включать подготовку специалистов предприятий и организаций для проведения работ по метрологической аттестации МВИ, а также мероприятия для осуществления аккредитации метрологических служб на право проведения аттестации МВИ.

Д.4 В планы (графики) пересмотра или отмены, аттестации и стандартизации МВИ в первую очередь включаются документы на МВИ, предназначенные для широкого применения или МВИ ограниченного применения для выполнения наиболее ответственных измерений.

Приложение Е
(информационное)

Библиография

[1] МИ 1317-86 ГСИ. Результаты измерений и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров

[2] МИ 1967-89 ГСИ. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения

[3] ПР 50.2.009-94 ГСИ. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений

[4] МИ 2334-95 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[5] РД 50-453-84 Методические указания. Характеристики погрешности средств измерений в реальных условиях эксплуатации. Методы расчета

[6] МИ 2232-92 ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оценивание погрешности измерений при ограниченной исходной информации

[7] МИ 2301-94 ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Методы и способы повышения точности измерений

[8] МИ 2336-95 ГСИ. Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания

[9] МИ 2335-95 ГСИ. Контроль качества результатов количественного химического анализа

[10] ПР 50.2.013-94 ГСИ. Порядок аккредитации метрологических служб юридических лиц

[11] МИ 2267-93 ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Метрологическая экспертиза технической документации

[12] МИ 2174-91 ГСИ. Аттестация алгоритмов и программ обработки данных при измерениях. Основные положения

[13] ПР 50-74-94 Подготовка проектов государственных стандартов Российской Федерации и проектов изменений к ним для принятия, государственной регистрации и издания

[14] ПР 50.2.002-94 ГСИ. Порядок осуществления государственного метрологического надзора за выпуском, состоянием и применением средств измерений, аттестованными методиками выполнения измерений, эталонами и соблюдением метрологических правил и норм

[15] МИ 2304-94 ГСИ. Метрологический контроль и надзор, осуществляемые метрологическими службами юридических лиц

gost.e-ecolog.ru