ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Уральский научно-исследовательский институт
метрологии (УНИИМ)

РЕКОМЕНДАЦИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ АТТЕСТАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ПО ПРОЦЕДУРЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ.

МИ 1992-98

Екатеринбург
1998 г.

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 **РАЗРАБОТАНЫ** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ)

ИСПОЛНИТЕЛИ Д.П.Налобин, к.х.н.(руководитель темы);
З.Н.Бабушкина, к.т.н.;
Н.Г.Семенко.к.т.н.

2 **УТВЕРЖДЕНЫ** УНИИМ 12 ноября 1998 г.

3 **ЗАРЕГИСТРИРОВАНЫ** ВНИИМС 26 ноября 1998 г.

4 **ВЗАМЕН** МИ 1992-89

Настоящая Рекомендация не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения УНИИМ.

Содержание

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ ... 1

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ ... 1

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ ... 1

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ... 2

5 ТРЕБОВАНИЯ К ИСХОДНЫМ МАТЕРИАЛАМ И ПРОЦЕДУРЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ МАТЕРИАЛА СО ... 2

6 ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ МЕТОДИКИ АТТЕСТАЦИИ СО ... 4

7 УСТАНОВЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СО ... 4

Приложение А (справочное) ПРИМЕРЫ ОЦЕНИВАНИЯ СОСТАВЛЯЮЩИХ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ СО ... 6

Группа Т 88.5

РЕКОМЕНДАЦИЯ ПО МЕТРОЛОГИИ

Государственная система
обеспечения единства измерений.

МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ АТТЕСТАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ПО ПРОЦЕДУРЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ.

МИ 1992-98

Дата введения 01.07.99 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая рекомендация распространяется на стандартные образцы (СО) состава веществ и материалов и устанавливают общие требования к метрологической аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления СО (далее - аттестация по процедуре приготовления).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей рекомендации использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.315-97. ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 8.531-85. ГСИ. Однородность стандартных образцов состава веществ и материалов. Методика выполнения измерений.

ГОСТ Р 8.563-96. ГСИ. Методики выполнения измерений.

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящей рекомендации применяют следующие термины и их определения:

Метрологическая аттестация СО по процедуре приготовления, погрешность аттестованного значения СО, погрешность от неоднородности материала СО, методика аттестации СО - по ГОСТ 8.315.

Аттестуемый компонент - по ГОСТ 8.531.

Погрешность от нестабильности СО - погрешность, обусловленная изменением аттестованного значения СО в течение срока годности экземпляра СО.

Погрешность, обусловленная технологией приготовления СО- погрешность, включающая инструментальные и методические составляющие погрешности процедуры приготовления СО.

Погрешность характеристики исходного материала - погрешность значения, характеризующего содержание аттестуемого компонента в исходном материале.

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Аттестацию по процедуре приготовления осуществляют для СО, которые создают из исходных материалов путем их механического смешивания, разбавления, растворения и других обоснованных процедур, позволяющих определить значения метрологических характеристик СО расчетным путем.

4.2 Составляющими погрешности аттестованного значения СО являются погрешности:

-характеристик исходных материалов;

-обусловленные технологией приготовления СО;

- от неоднородности материала СО;

- от нестабильности СО.

4.3 Аттестацию СО по процедуре приготовления проводят в том случае, когда возможна оценка всех перечисленных в 4.2 составляющих погрешности.

4.4 При разработке СО, аттестуемых по процедуре приготовления, в техническом задании (ТЗ) предусматривают выполнение следующих работ:

- выбор исходных материалов для приготовления СО;

- установление характеристик содержания аттестуемых компонентов в исходных материалах и их погрешностей;

- установление метрологических характеристик СО;

- разработка технологии (процедуры) приготовления материала СО;

- оформление методики аттестации СО и научно-технического отчета.

5 ТРЕБОВАНИЯ К ИСХОДНЫМ МАТЕРИАЛАМ И ПРОЦЕДУРЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ МАТЕРИАЛА СО

5.1 Для всех исходных материалов(включая разбавитель, растворитель или вещество-основу) устанавливают характеристики содержания аттестуемых компонентов, а также погрешности их определения.

5.2 Данные о содержании компонентов в исходных материалах и их погрешности получают:

- из свидетельства (паспорта) на СО при использовании в качестве исходных материалов этих СО;

- по результатам экспериментальных исследований (на основе межлабораторной аттестации, использовании рабочих эталонов (образцовых средств измерений) или аттестованных по ГОСТ Р 8.563 методик выполнения измерений) при использовании в качестве исходных материалов веществ, не являющихся СО.

5.3 Технология (процедура) приготовления материала СО регламентирует:

-условия, необходимые для проведения операций по приготовлению материала СО, включая требования к используемым средствам измерений, мерной посуде, вспомогательному оборудованию, исходным материалам, внешним условиям (температуре, давлению, влажности и т.п.);

-процедуру приготовления материала СО (взвешивание или определение объема исходных материалов, смешивание их, проведение операций химической или термической обработки, растворение в необходимых пропорциях и т.п.);

-алгоритм оценки и форму представления погрешности, обусловленной технологическими факторами приготовления материала СО;

- промежуточный контроль характеристик смеси или ее компонентов (при необходимости).

5.4 Средства измерений, показания которых используют для расчета метрологических характеристик СО, подлежат поверке.

5.5 Технология приготовления материала СО и применяемое оборудование (смесители, центрифуги, мельницы и т.п.) обеспечивают однородность материала СО в соответствии с требованиями ТЗ.

5.6 Технология приготовления материала СО, условия его хранения и применения обеспечивают стабильность СО.

6 ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ МЕТОДИКИ АТТЕСТАЦИИ СО

6.1 Методику аттестации по процедуре приготовления, уточненную и откорректированную в процессе выполнения работ, оформляют в виде документа в составе документации по разработке СО.

6.2 В общем случае методика аттестации СО содержит разделы:

- назначение;
- перечень исходных материалов (со ссылкой на стандарты, ТУ или другие нормативные документы;
- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы;
- описание технологии приготовления по 5.3;
- алгоритм оценивания метрологических характеристик СО;
- требования безопасности;
- требования к квалификации оператора.

6.3 Методика аттестации СО является документом, на основании которого осуществляется повторный выпуск партий СО.

Соблюдение требований методики при выпуске СО обязательно.

7 УСТАНОВЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СО

7.1 При аттестации по процедуре приготовления оценивают следующие метрологические характеристики:

-аттестованное значение СО;

-погрешность аттестованного значения СО.

7.2 Характеристику погрешности аттестованного значения СО оценивают с учетом всех составляющих погрешностей по 4.2.

7.3 Характеристику погрешности исходных материалов выражают в виде полуширины интервала($D_м$). Значения вычисляют по известным характеристикам погрешности определения содержания аттестуемых компонентов.

7.4 Характеристику погрешности технологии приготовления СО выражают в виде полуширины интервала ($D_т$) возможных значений погрешностей,

возникающих на каждой стадии приготовления материала СО (с учетом погрешностей мер вместимости, средств измерений массы, погрешностей от загрязнений внешней среды, оборудования и т.п.).

7.5 Характеристику погрешности от неоднородности СО выражают в соответствии с ГОСТ 8.531 в виде среднего квадратического отклонения ($S_н$).

7.6 Характеристику погрешности от нестабильности СО выражают интервалом возможного изменения значений аттестуемой характеристики за срок годности экземпляра СО (D_c).

Технологию приготовления, условия хранения материала СО и срок годности экземпляра СО выбирают таким образом, чтобы вклад погрешности от нестабильности в погрешность аттестованного значения СО был пренебрежимо мал.

7.8 Характеристику погрешности аттестованного значения СО (D_A) с учетом всех составляющих вычисляют по формуле

$$D_A = \{D^2_м + D^2_т + 4 \times S^2_н\}^{0,5}.$$

7.7 Примеры оценивания составляющих погрешности аттестованного значения СО приведены в приложении А.

Приложение А
(справочное)

ПРИМЕРЫ ОЦЕНИВАНИЯ СОСТАВЛЯЮЩИХ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ СО

А1 ОЦЕНИВАНИЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ СО,ПРИГОТОВЛЕННОГО СМЕШИВАНИЕМ ДВУХ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Материал СО приготавливают смешиванием двух исходных материалов, в каждом из которых известно содержание компонентов A_1 и A_2, подлежащего аттестации в материале СО.

Значения A_1 и A_2 ($A_1<A_2$) известны с погрешностями D_{A1} и D_{A2}.Содержание аттестуемого компонента А вычисляют по формуле

$$A = \frac{A_1 \cdot q_1 + A_2 \cdot q_2}{q_1 + q_2} \qquad (1)$$

где q_1 и q_2 - действительные значения количеств исходных материалов.

В практике разработки СО наиболее часто встречается случай, когда содержание аттестуемого компонента (А) находится в интервале $[A_1,A_2]$, а общее количество материала СО (Q) задано заранее и требуется определить количества исходных материалов q_1 и q_2 для приготовления материала СО.

Для определения расчетных значений q_1 и q_2 используют уравнение (1) и уравнение

$$Q = q_1 + q_2. \qquad (2)$$

Из этих уравнений получаем формулы для определения количеств исходных материалов q_1 и q_2, необходимых для получения материала СО с заданным содержанием аттестуемого компонента (А):

$$q_2 = \frac{(A - A_1) \cdot Q}{A_2 - A_1} \qquad (3)$$

$$q_1 = Q - q_2. \qquad (4)$$

Составляющую погрешности аттестованного значения СО - погрешность исходных материалов ($D_м$) - оценивают по известным погрешностям определения A_1 и A_2 по формуле

$$D_м = \{(p_1 \cdot D_{A1})^2 + (p_2 \cdot D_{A2})^2\}^{0.5}, \qquad (5)$$

где $p_1=q_1/Q$ - доля первого материала; $p_2=q_2/Q$ - доля второго материала.

Погрешность $D_т$, обусловленная технологией приготовления материала СО, как правило, включает две составляющие погрешности: погрешность определения действительного значения количества исходных материалов - D_Q; погрешность самой процедуры приготовления материала СО - D_p. Значение D_Q оценивают, исходя из погрешностей определения массы или объема исходных материалов D_{q1} и D_{q2} по формуле

$$D_Q = [(A_2 - A_1)/Q] \cdot (p_2 \cdot D_{q1})^2 + (p_1 \cdot D_{q2})^2]^{0,5}. \qquad (6)$$

Другая составляющая погрешности D_p обусловлена особенностями процедуры приготовления материала СО (адсорбции, осаждения, растворения, загрязнения от внешней среды и оборудования и т.п.).В процессе разработки технологии приготовления материала СО оценениванот границу возможных значений (D_p) или показывают незначимость вклада составляющей (D_p).

В общем случае погрешность технологии $D_т$ оценивают по формуле

$$D_т = \{D^2_Q + D^2_p{}^{0,5}\}. \qquad (7)$$

Характеристику погрешности от неоднородности СО ($S_н$) оценивают в соответствии с ГОСТ 8.531.

А2 ОЦЕНИВАНИЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ СО СОСТАВА МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ СМЕСИ

Материал СО состава многокомпонентной смеси приготавливают смешиванием N исходных материалов. Общее количество материала СО равно Q, число аттестуемых компонентов - I.

Содержание i-го аттестуемого компонента в n-ом исходном материале A_{in} известно с погрешностью D_{in}. Аттестованное значение СО i-го компонента вычисляют по формуле

$$A_i = 1/Q \sum_{n=1}^{N} A_{in} \cdot q_n. \qquad (8)$$

Характеристику погрешности исходных материалов для i-го компонента вычисляют по формуле

$$D_{mi} = \{\sum_{n=1}^{N} (D_{in} \cdot P_n)^2\}^{0,5},$$

где $P_n = q_n/Q$ - доля n-го исходного материала.

Характеристику погрешности определения массы или объема исходных материалов для i-го аттестуемого компонента D_{qi} вычисляют по формуле

$$D_{q_i} = \{\sum_{n=1}^{N} (A_{in} - A_i)^2 \cdot (Dq_n / Q^2\}^{0,5}. \quad (10)$$

Наиболее часто встречается случай приготовления материала СО из смеси исходных материалов, каждый из которых содержит только один аттестуемый компонент или один из них не содержит ни одного из аттестуемых компонентов. В этом случае I = N - 1, $A_{in} = 0$ для i#n и A_{ii}#0 для i=1,...,N-1, A_{NN}=0.

Количество исходных материалов для приготовления СО можно вычислить при заданном общем количестве материала СО - Q и заданных аттестованных значениях СО - A_i ($A_i<A_{ii}$) по формулам

$$q_i = (A_i/A_{ii}) \cdot Q \quad (11)$$

для i=1,...,N-1,

$$q_N = Q - \sum_{i=1}^{N} q_i. \quad (12)$$

Формулы для вычисления характеристик погрешностей исходных материалов принимают более простой вид

$$D_{mi} = D_{ii} \cdot P_i. \quad (13)$$

Характеристика составляющей погрешности аттестованного значения СО- погрешности определения количества исходного материала для i -го аттестуемого компонента равна

$$D_{qi} = A_{ii} \cdot (q_i/Q) \quad (14)$$

gost.e-ecolog.ru