ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

СВЕРДЛОВСКИЙ ФИЛИАЛ
ВСЕСОЮЗНОГО НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО
ИНСТИТУТА МЕТРОЛОГИИ
им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА (СФ ВНИИМ)

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ. АТТЕСТОВАННЫЕ СМЕСИ ВЕЩЕСТВ. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

МИ 858-85

СВЕРДЛОВСК — 1985

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ

СВЕРДЛОВСКИМ ФИЛИАЛОМ ВСЕСОЮЗНОГО НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ИНСТИТУТА МЕТРОЛОГИИ им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА (СФ ВНИИМ)

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Семенко Н. Г., канд. техн. наук; **Панева В. И.**, канд. техн. наук (руководители разработки),
Бабушкина З. Н., канд. техн. наук; Бессонов Ю. С., канд. хим. наук; **Короткина О. Б.**; **Шпакова С. П.**

ПОДГОТОВЛЕНЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ лабораторией научно-методических проблем **ГССО СФ ВНИИМ**

Зав. лабораторией **Панева В. И.**
Ст. инженер **Шпакова С. П.**

УТВЕРЖДЕНЫ СФ ВНИИМ 16.04.1985 г.

УДК 54.389.1.002.5 : 614.7

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Метрологическое обеспечение контроля состояния окружающей среды. Аттестованные смеси веществ. Основные положения.

МИ 858-85

Введены в действие с 01.01.1986 г.

Настоящие методические указания распространяются на аттестованные смеси веществ, применяемые для метрологического обеспечения контроля состояния окружающей среды — поверхностных, морских, сточных вод, почв, атмосферного воздуха.

Методические указания устанавливают общие требования, порядок разработки, утверждения и контроля качества аттестованных смесей.

Требования настоящих методических указаний необходимо учитывать при разработке программ государственных испытаний, метрологической аттестации средств измерений и методик контроля состояния окружающей среды, нормативно-технической документации, регламентирующей методики поверки средств измерений и методики контроля состояния окружающей среды, предусматривающих применение аттестованных смесей.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Аттестованная смесь веществ — это нестандартизованное средство измерения в виде смеси веществ, имеющей нормированные метрологические характеристики, устанавливаемые методом аттестации по процедуре приготовления, и создаваемое на месте применения в соответствии с методикой, регламентированной в утвержденной документации.

Примечание. Аттестованная смесь веществ (далее — аттестованная смесь) может быть в виде механической смеси веществ, смеси газов, жидких и твердых растворов.

1.2. Аттестованные смеси по своему назначению выполняют функции стандартных образцов.

1.3. Аттестованные смеси применяют для:

градуировки аналитических приборов универсального назначения применительно к конкретной аналитической задаче в соответствии с документами на методики контроля состояния окружающей среды (далее — методики измерений);

оценивания метрологических характеристик автоматических анализаторов, аналитических приборов специального назначения, предназначенных для непосредственного измерения контролируемых показателей в соответствии с программами их государственных испытаний или метрологической аттестации;

контроля метрологических характеристик при поверке автоматических анализаторов, аналитических приборов специального назначения в соответствии с нормативно-технической документацией на методики поверки;

оценивания метрологических характеристик методик измерений в соответствии с программами их метрологической аттестации;

контроля точности результатов измерений в соответствии с документами на методики измерений.

1.4. Аттестованные смеси приготавливают на основе:

стандартных образцов состава химических веществ;

веществ особой чистоты, в т. ч. чистых газов;

химических реактивов (солей, кислот, оснований и др.);

технических продуктов (пестицидов, нефтепродуктов и др.);

почвы, не содержащей аттестуемого компонента.

1.5. Аттестованные смеси разрабатывают и допускают к применению в том случае, когда создание стандартных образцов по ГОСТ 8.315-78 невозможно или нецелесообразно по причине недостаточной временной стабильности их метрологических характеристик, исключающей возможность их узаконения в порядке, установленном для стандартных образцов, и поставок потребителям для использования в течение установленного для смеси срока действия.

1.6. Метрологические характеристики аттестованной смеси, устанавливаемые расчетным путем, на стадии аттестации подлежат экспериментальной проверке.

При приготовлении аттестованной смеси на месте применения ей приписывают метрологические характеристики, установленные на стадии аттестации.

1.7. Контроль качества аттестованных смесей проводят в соответствии с разделом 4 настоящих методических указаний.

1.8. Пояснения терминов, используемых в настоящих методических указаниях, приведены в справочном приложении 1.

2. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К АТТЕСТОВАННЫМ СМЕСЯМ

2.1. Метрологическими характеристиками аттестованной смеси являются аттестованное значение и погрешность аттестованного значения.

2.2. В качестве аттестованного значения смеси принимают значение величины, характеризующей состав (молярной концентрации, массовой доли и др. согласно РД 50-160-79), воспроизводимое аттестованной смесью и указанное в утвержденной документации.

2.3. В качестве характеристики погрешности аттестованного значения смеси принимают предел, соответствующий принятой

вероятности, возможных значений модуля погрешности установления аттестованного значения смеси.

2.4. Для каждой аттестованной смеси устанавливают срок действия — интервал времени, в течение которого истинное значение величины, воспроизводимое аттестованной смесью, остается в установленных пределах при соблюдении заданных условий хранения.

2.5. Требования о применении аттестованных смесей, методика их приготовления, а также условия и процедура применения должны устанавливаться в соответствующей документации:

нормативно-технической документации на методы и средства поверки средств измерений — для аттестованных смесей, применяемых для поверки средств измерений (СИ);

документации на методы контроля состояния окружающей среды — для аттестованных смесей, применяемых для градуировки и контроля соответственно;

программах государственных испытаний, программах метрологической аттестации СИ — для аттестованных смесей, применяемых для аттестации;

программах метрологической аттестации методик измерений — для аттестованных смесей, применяемых для аттестации методик измерений.

2.6. Разделы соответствующей документации, регламентирующие методику приготовления и аттестации смесей, разрабатывают с учетом требований обязательного приложения 2 ГОСТ 8.505-84, ГОСТ 8.504-84.

2.7. Выбор числа, состава и аттестованных значений смесей определяется:

видом градуировочной характеристики и требованиями к точности градуировки — для смесей, применяемых для градуировки средств измерений;

видом зависимости характеристик погрешности от значений измеряемых содержаний и значений влияющих факторов пробы, принятым планом контроля — для смесей, применяемых для оценивания, контроля метрологических характеристик средств и методик измерений.

2.8. К приготовлению аттестованных смесей допускаются квалифицированные химики-аналитики, имеющие практический опыт работы в лаборатории.

3. ПОРЯДОК РАЗРАБОТКИ АТТЕСТОВАННЫХ СМЕСЕЙ

3.1. Разработка аттестованных смесей должна осуществляться в соответствии с действующим порядком проведения работ по метрологическому обеспечению средств измерений и методик измерений состояния окружающей среды.

3.2. Устанавливают следующие стадии разработки аттестованной смеси:

1-я — разработка требований к аттестованной смеси, осуществляемая в процессе составления технических заданий на разработку средства или методики измерений, либо в процессе разработки программ их метрологической аттестации;

2-я — проверка обоснованности установленных требований к аттестованной смеси, проводимая в процессе метрологической экспертизы технических заданий на разработку средства или методики измерений, а также в процессе согласования и утверждения программ метрологической аттестации СИ (по ГОСТ 8.326-78) и методики измерений (по ГОСТ 8.505-84);

3-я — выполнение исследовательских и экспериментальных работ по разработке процедуры приготовления, аттестации смеси, включая оценку ее однородности, стабильности, составление методики приготовления смеси, и разработка, совместно с метрологической службой предприятия, программы метрологической аттестации смеси, утверждаемой руководителем организации-разработчика смеси.

4-я — метрологическая аттестация смеси и оформление документации:

расчет метрологических характеристик аттестуемой смеси и их экспериментальная проверка (с использованием образцовых средств измерений, аттестованной методики, путем межлабораторного анализа и т. д.), а также оформление протокола о метрологической аттестации смеси по форме приложения 2 ГОСТ 8.326-78 и проекта свидетельства на аттестуемую смесь по форме приложения 3 настоящих методических указаний, проводимые разработчиком смеси совместно с метрологической службой предприятия;

оформление методики приготовления аттестованной смеси как части соответствующей документации по п. 2.5. настоящих методических указаний и включение в нее метрологических характеристик смеси, зафиксированных в проекте свидетельства на аттестованную смесь;

метрологическая экспертиза материалов разработки и аттестации смеси и согласование свидетельства на аттестованную смесь, проводимые организациями государственной или ведомственной метрологических служб в соответствии с пп. 3.3. — 3.5 настоящих методических указаний.

3.3. СФ ВНИИМ, или по его поручению метрологические институты Госстандарта в соответствии со специализацией в области контроля состояния окружающей среды, осуществляют метрологическую экспертизу материалов разработки аттестованных смесей, согласование и учет свидетельств на смеси, предназначенные для оценивания и контроля метрологических харак-

теристик при государственных испытаниях, поверке и метрологической аттестации СИ.

3.4. Головные организации метрологической службы, или по их поручению базовые организации, осуществляют метрологическую экспертизу материалов разработки аттестованных смесей, согласование и учет свидетельств на смеси, предназначенные для:

установления градуировочных характеристик СИ, предусмотренных в методиках измерений, регламентируемых государственными стандартами или отраслевыми документами;

контроля точности результатов измерений, выполняемых по государственным стандартам или отраслевым документам;

оценивания метрологических характеристик методик измерений, регламентируемых государственными стандартами или отраслевыми документами.

3.5. Метрологическая служба предприятия — разработчика смеси осуществляет метрологическую экспертизу материалов разработки аттестованных смесей, согласование и учет свидетельств на смеси, предназначенные для:

установления градуировочных характеристик СИ, предусмотренных в методиках измерений, регламентируемых нормативно-техническими документами предприятий;

контроля точности результатов измерений, выполняемых по нормативно-техническим документам предприятий;

оценивания метрологических характеристик методик измерений, регламентируемых нормативно-техническими документами предприятий.

3.6. Организация-разработчик (подразделение-разработчик) аттестованной смеси представляет на метрологическую экспертизу следующую документацию:

ТЗ на разработку средств и методик измерений либо программу их метрологической аттестации;

программу метрологической аттестации смеси;

методику приготовления смеси;

протокол аттестации смеси;

проект свидетельства на аттестованную смесь.

3.7. Аттестованная смесь, приготовленная на месте применения, регистрируется в лабораторном журнале (карте) учета по форме рекомендуемого приложения 3.

4. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА АТТЕСТОВАННЫХ СМЕСЕЙ

4.1. Контроль качества аттестованных смесей предусматривает контроль за соблюдением требований методики приготовления смеси и, при необходимости, экспериментальную проверку воспроизведения этой методики.

4.2. Контроль за соблюдением требований методики приготовления смеси осуществляют при:

государственном надзоре за состоянием и применением аттестованных смесей в процессе государственных испытаний, поверки и аттестации средств измерений, а также в процессе проверок, проводимых территориальными органами Госстандарта в соответствии с требованиями РД 50-110-80;

ведомственном контроле за состоянием и применением аттестованных смесей в процессе проверок, проводимых головной или, по ее поручению, базовой организацией, ответственной за контроль состояния окружающей среды, метрологической аттестации лабораторий (РД 50-194-80), метрологической аттестации методик измерений, а также в процессе проверок, проводимых при выполнении текущих измерений в лаборатории представителем метрологической службы предприятия или химиком-метрологом лаборатории, прошедшим специальную подготовку.

4.3. Экспериментальная проверка воспроизведения методики приготовления аттестованной смеси может быть предусмотрена:

если характеристика погрешности аттестуемого значения смеси, применяемой для оценивания характеристик погрешности средства или методики измерений, вносит значительный вклад в общую характеристику погрешности этого средства или методики измерений;

если возможное изменение характеристики погрешности аттестованного значения смеси, применяемой для контроля характеристик погрешности средства или методики измерений, может привести к снижению требуемой достоверности контроля.

4.4. Порядок проведения экспериментальной проверки воспроизведения методики приготовления аттестованной смеси.

4.4.1. Для проведения экспериментальной проверки дополнительно приготавливают контрольный экземпляр этой смеси.

4.4.2. Устанавливают расхождение d:

в средних значениях $\bar{J}$, $\bar{J}^k$ выходных сигналов J_j, J_j^k $(j=\overrightarrow{1,n})$, полученных при подаче на вход средства измерений соответственно контролируемого и контрольного экземпляра смеси (для смесей, применяемых для метрологического обеспечения средств измерений и методик, основанных на физико-химических методах анализа);

в средних значениях $\bar{x}, \bar{x}^k$ результатов параллельных определений x_j, x_j^k $(j=\overrightarrow{1,n})$ аттестованного значения контролируемого и контрольного экземпляра смеси соответственно (для смесей, применяемых для метрологического обеспечения методик, основанных на химических методах анализа).

Примечание. Число «n» измерений выходных сигналов средства измерения или параллельных определений устанавливают с учетом соотношения СКО сходимости выходных сигналов средства измерений или СКО результатов параллельных определений и погрешности аттестованного значения смеси ($5<n<20$).

4.4.3. Если установленные расхождения d ($d=|\bar{J}-\bar{J}^k|$ или $d=|x-x^k|$) не превышают контрольного норматива $k(d\leqslant k)$, принимают решение об удовлетворительном качестве приготовления смеси и пригодности ее к применению.

4.4.4. Если установленные расхождения превышают контрольный норматив ($d>k$) проводят выявление причин неудовлетворительного качества смеси и принимают меры по их устранению.

4.4.5. Расчет контрольного норматива и погрешности аттестованного значения смеси в единицах выходного сигнала средства измерения приведен в рекомендуемом приложении 4.

4.4.6. Результаты проверки заносят в журнал (карту) учета аттестованной смеси и отражают в протоколах метрологической аттестации и поверки средств измерений, в технических отчетах по метрологической аттестации методик измерений, в обязательном приложении 2 к акту государственных испытаний средств измерений по ГОСТ 8.001-80, в акте о метрологической аттестации лаборатории по РД 50-194-80.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Рекомендуемое

ТЕРМИНЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В НАСТОЯЩИХ МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЯХ

Термин	Определение
1. Методика приготовления и аттестации смеси	Способ (совокупность условий и операций), регламентирующий процедуру приготовления и установления значений метрологических характеристик аттестованной смеси и обеспечивающий при воспроизведении этой процедуры получение аттестованного значения смеси с установленной характеристикой погрешности
2 Аттестация по процедуре приготовления	Метод аттестации, основанный на приписывании метрологических характеристик аттестованной смеси на основе известных или специально изученных характеристик и количественных соотношений исходных компонентов, служащих для приготовления смеси, а также погрешностей, вносимых на каждой стадии процедуры приготовления

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

_____
наименование организации, выдавшей свидетельство

СВИДЕТЕЛЬСТВО №

о метрологической аттестации

_____
наименование смеси

Дата выпуска _____
дата согласования свидетельства

Назначение аттестованной смеси _____

_____

Метрологические характеристики аттестованной смеси _____

_____

Условия хранения, срок действия _____

По результатам метрологической аттестации (протокол № _____ от _____ 198 г.)
аттестованная смесь допускается к применению.

Очередная аттестация проводится при пересмотре НТД, предусматривающей применение смеси.

Подпись руководителя организации _____
проводившей аттестацию

М. п.

Наименование организации и подпись руководителя организации (подразделения), проводившей метрологическую экспертизу.

М. п

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ЖУРНАЛ (КАРТА) УЧЕТА АТТЕСТОВАННЫХ СМЕСЕЙ, ПРИГОТОВЛЕННЫХ В _____
(наименование лаборатории)

Регистрационный номер	Наименование аттестованной смеси	Наименование документации, регламентирующей методику приготовления смеси	Дата приготовления	Аттестованное значение и погрешность аттестованного значения смеси	Срок действия	Кем приготовлена смесь	Результаты контроля качества смеси
1	2	3	4	5	6	7	8

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Рекомендуемое

РАСЧЕТ КОНТРОЛЬНОГО НОРМАТИВА И ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ АТТЕСТОВАННОЙ СМЕСИ В ЕДИНИЦАХ ВЫХОДНОГО СИГНАЛА СИ

1 Расчет контрольного норматива

Расчет контрольного норматива k проводят по формуле.

$$K = \frac{1{,}96\frac{S_{сх}}{\sqrt{n}} + 1{,}1\Delta}{\frac{S_{сх}}{\sqrt{n}} + \frac{\Delta}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{2} \cdot \sqrt{\frac{\Delta^2}{3} + \frac{S_{сх}^2}{n}}$$

где $S_{сх}$ — СКО сходимости выходных сигналов средства измерения или результатов параллельных определений;

Δ — погрешность аттестованного значения С аттестованной смеси;

n — число результатов измерений выходного сигнала средства измерения или число результатов параллельных определений аттестованного значения смеси

Для смесей, применяемых для метрологического обеспечения средств измерений универсального назначения и методик, основанных на физико-химических методах анализа, в формуле расчета контрольного норматива используют погрешность Δ, выраженную в единицах выходного сигнала средств измерений

2 Получение погрешности аттестованного значения смеси в единицах выходного сигнала средства измерений

2 1. На вход средства измерения в соответствии с требованиями методики измерения «n» раз подают разбавленный в k раз ($2 \geqslant k \geqslant 1{,}5$) контрольный экземпляр смеси с содержанием определяемого компонента $C' = \frac{c}{k}$ и вычисляют среднее значение $\bar{J}'$ выходных сигналов J_j ($j = 1, \ldots . n$).

2 2. По двум точкам (C,J) и (C′,J′) проводят градуировочную прямую

2 3 По градуировочному графику определяют значения выходных сигналов J_1 и J_2, соответствующие значениям содержаний определяемого компонента $C+\Delta$, $C-\Delta$.

2 4 Находят значения погрешности аттестованного значения смеси в единицах выходного сигнала

$$\Delta_J = \max\{|\bar{J} - J_1|, |\bar{J} - J_2|\}.$$

НС 32065 21.08 85 Формат 60×90 1/16
Объем 0,75 п л Тираж 3500 Заказ 122

№ 1 производственного объединения «Полиграфист»,
г Свердловск, ул М -Сибиряка, 145

gost.e-ecolog.ru