Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
ГОССТАНДАРТА РОССИИ

РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОГРАММАМ И МЕТОДИКАМ АТТЕСТАЦИИ

МИ 2838-2003

Екатеринбург
2003

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «УНИИМ»

ИСПОЛНИТЕЛИ: И.А.Питерских, к.х.н., Д.П.Налобин, к.х.н., З.Н.Бабушкина, к.т.н., И.Е.Добровинский, к.т.н.

2 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ»

21 ноября 2002 г.

3 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ФГУП ВНИИМС

19 ноября 2003 г.

4 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения ФГУП «УНИИМ»

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные документы 1
3 Определения и сокращения 1
4 Общие положения 2
5 Построение и содержание программы метрологической аттестации стандартных образцов 3
6 Построение и содержание методики метрологической аттестации стандартных образцов 4
Приложение А Пример оформления 6
Приложение Б Построение и содержание методики приготовления стандартных образцов ... 9

РЕКОМЕНДАЦИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОГРАММАМ И МЕТОДИКАМ АТТЕСТАЦИИ

МИ 2838-2003

1 Область применения

Настоящая рекомендация распространяется на программы и методики метрологической аттестации стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов и устанавливает правила их построения и изложения.

Рекомендация разработана с учетом положений ГОСТ 8.315.

2 Нормативные документы

В настоящей рекомендации использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.315-97	ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.
ГОСТ 8.531-2002	ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания неоднородности.
ГОСТ 8.532-2002	ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.
ГОСТ Р 8.563-96	ГСИ. Методики выполнения измерений.
МИ 1952-88	ГСИ. Стабильность стандартных образцов состава веществ и материалов. Методика оценки.
МИ 1992-98	ГСИ. Метрологическая аттестация СО состава веществ и материалов по процедуре приготовления.
МИ 2258-93	ГСИ. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений.
МИ 2574-2000	ГСИ. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения.
МИ 2589-2000	ГСИ. Общие методические рекомендации по применению положений ГОСТ 8.315 при разработке и применении стандартных образцов.

3 Определения и сокращения

3.1 **Стандартный образец (СО), метрологические характеристики (МХ) СО, аттестация СО, аттестованное значение СО, однородность СО, методика метрологической аттестации СО** (далее -методика), **программа метрологической аттестации СО** (далее - программа): По ГОСТ 8.315.

3.2 **Методика приготовления СО:** Совокупность операций и условий по изготовлению и метрологической аттестации СО, выполнение которых в установленной последовательности обеспечивает получение СО с заданными МХ.

3.3 **Методика выполнения измерений (МВИ):** По ГОСТ Р 8.563.

4 Общие положения

4.1 Программу и (или) методику разрабатывают при составлении технического задания (далее - ТЗ) на разработку СО и излагают в виде раздела ТЗ, либо в виде приложения к ТЗ.

В соответствии с ГОСТ 8.315 программу и методику допускается объединять в один документ (например, при установлении аттестованного значения СО по результатам межлабораторной аттестации, когда не проводят исследования однородности и стабильности СО). Решение об их объединении принимает разработчик.

4.2 Программа и методика подлежат согласованию с организацией, осуществляющей метрологическую экспертизу документации на СО.

4.3 Содержание программы и методики зависит от способа установления аттестованных значений СО, выбранного согласно 5.4 ГОСТ 8.315:

а) с применением эталонов, а также СО, утвержденных в соответствии с указанным стандартом;

б) с использованием МВИ, аттестованных в соответствии с ГОСТ Р 8.563;

в) по результатам межлабораторной аттестации;

г) по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления.

Примечание – Обоснование выбранного способа установления значений аттестуемых характеристик и результаты аттестации излагают в отчете о разработке нового типа СО.

4.3.1 При использовании эталонов программу (методику) составляют на основе документации по эксплуатации эталона и МИ 2258.

4.3.2 При установлении аттестованных значений СО по МВИ последние должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 8.563 и отвечать следующим условиям:

- диапазон измерений МВИ перекрывает интервал аттестованных значений СО;
- приписанная погрешность МВИ не превышает допускаемое значение погрешности аттестованного значения СО;
- количество результатов измерений значений аттестуемой характеристики СО: не менее пяти;
- СО, используемые в МВИ для градуировки СИ, в качестве титрантов или для контроля погрешности результатов измерений имеют категорию не ниже, чем аттестуемый СО.

4.3.3 При межлабораторной аттестации программу (методику) составляют с учетом требований ГОСТ 8.532.

4.3.4 При установлении аттестованных значений СО по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления программу (методику) составляют с учетом МИ 1992.

4.3.5 При аттестации СО состава чистых органических веществ программу (методику) составляют с учетом МИ 2574.

4.4 Методика при наличии согласованной программы может быть разработана в процессе разработки СО. В этом случае методику оформляют либо в виде отдельного документа, либо в составе документа, регламентирующего выпуск СО партиями. Для единичного повторяющегося производства таким документов является методика приготовления.

Примечание – Методику приготовления разрабатывают при отсутствии технологической документации, регламентирующей приготовление материала СО, независимо от способа установления аттестованных значений СО.

4.5 Пример оформления методики метрологической аттестации условного стандартного образца приведен в приложении А.

4.6 Рекомендации по построению и изложению методики приготовления приведены в приложении Б.

5 Построение и содержание программы метрологической аттестации стандартных образцов

5.1 Программа, как правило, включает следующие разделы:

«Установление аттестованного значения СО»;

«Исследование однородности материала СО»;

«исследование стабильности СО».

5.2 В разделе «Установление аттестованного значения СО» определяют способ установления аттестованного значения СО в соответствии с ГОСТ 8.315. Первый пункт раздела излагают в редакции: «для установления аттестованного значения СО используют методику аттестации, основанную на (указать способ установления аттестованных значений)».

5.2.1 При установлении аттестованного значения СО по результатам межлабораторной аттестации в разделе указывают:

- количество лабораторий;
- наименование и МХ (диапазон измерений, характеристики погрешности) используемых МВИ;
- количество измерений в каждой лаборатории;
- сроки выполнения работ;
- дополнительные указания по проведению измерений (при необходимости0.

5.2.2 При установлении аттестованного значения по процедуре приготовления в разделе указывают:

- номенклатуру исходных материалов;
- способы установления значений аттестуемых характеристик в исходных материалах;
- способ приготовления СО;
- сроки выполнения этапов работ.

5.2.3 При установлении аттестованного значения с применением эталонов в разделе указывают:

- наименование эталона;
- МХ эталона;
- общее число измерений для установления аттестованного значения СО;
- сроки выполнения работ.

5.2.4 При установлении аттестованного значения по аттестованной МВИ в разделе укаызвают:

- наименование и назначение МВИ, способ передачи размера единицы величины или средство аттестации;
- МХ МВИ (диапазон измерений, характеристики погрешности МВИ);
- общее число измерений для установления аттестованного значения СО;
- сроки выполнения работ.

5.3 В разделе «Исследование однородности материала СО» указывают (в случае, если предполагают проведение работ по исследованию однородности):

- наименование применяемой методики исследования и МВИ;
- количество отбираемых проб (экземпляров СО);
- количество измерений в каждой пробе;
- масса (объем) отбираемой пробы;
- наименьшая представительная проба;
- сроки выполнения работ.

5.3.1 Первый пункт раздела «Исследование однородности материала СО» излагают в редакции: «Исследование однородности проводят (не проводят) (далее – наименование методики исследования однородности или в случае, когда однородность не исследуют, обоснование отказа от исследования однородности)».

5.4 В разделе «Исследование стабильности СО» указывают:

- наименование применяемой методики исследования и МВИ;
- сроки проведения работ;
- количество измерений, их периодичность;
- режимы хранения материала СО при проведении исследования.

5.4.1 Первый пункт раздела «Исследование стабильности СО» излагают в редакции: «Исследование стабильности проводят (не проводят) (далее – наименование методики исследования стабильности или в случае, когда стабильность не исследуют, обоснование отказа от исследования стабильности назначенного срока годности экземпляра СО)».

6 Построение и содержание методики метрологической аттестации стандартных образцов

6.1 Методика, как правило, включает вводную часть и следующие разделы:

«Подготовка к аттестации»;

«Экспериментальные исследования метрологических характеристик СО»;

«Расчет метрологических характеристик СО»;

«Форма представления метрологических характеристик СО».

Допускается исключать или объединять указанные разделы, а также включать дополнительные разделы с учетом специфики СО.

6.2 Вводную часть излагают в следующей редакции: «Настоящая методика распространяется на СО (наименование) и устанавливает проведение его исследований с целью определения значений МХ, нормированных в ТЗ, и приведенных ниже. Метрологическую аттестацию СО (наименование) проводят в соответствии с программой, согласованной с (организация) (дата)».

При отсутствии согласованной программы во введении приводят сведения по 5.2 настоящей рекомендации.

6.3 Раздел «Подготовка к аттестации» содержит сведения о подготовительных работах перед аттестацией СО. Например, отбор проб для анализа (ампул, навесок и т.д.), исследование материала СО на соответствие техническим и дополнительным требованиям, изложенным в ТЗ, и вытекающим из метода аттестации, условий выполнения измерений и условий применения (контроль чистоты материала СО или содержания мешающих примесей и т.д.).

6.3.1 При аттестации по процедуре приготовления в разделе излагают методики установления содержания аттестуемых компонентов в исходных веществах. При наличии документов, устанавливающих соответствующие МВИ, приводят ссылки на них. Кроме того, приводят условия и сроки хранения исходных веществ.

6.3.2 При аттестации с помощью межлабораторного эксперимента в разделе излагают процедуры отбора проб СО и упаковки, условия хранения и транспортирования и др. по ГОСТ 8.532.

6.4 Раздел «Экспериментальные исследования метрологических характеристик СО» разбивают на подразделы:

«Определение аттестованных значений СО»;

«Исследование однородности СО»;

«Исследование стабильности СО».

6.4.1 При использовании аттестованной МВИ для аттестации СО подраздел «Определение аттестованных значений СО» соответствует требованиям ГОСТ Р 8.563 к соответствующим разделам МВИ.

При наличии документов, устанавливающих МВИ, в подразделе приводят ссылку на них, если МВИ удовлетворяет условиям по 4.3.2 настоящей рекомендации, и приводят дополнительные условия использования МВИ, если какое-то условие уточняют.

6.4.2 При аттестации с применением эталонов в подразделе допускается исключать указания о характеристиках и контроле погрешности результатов измерений.

6.5 Подраздел «Исследование однородности» разбивают на следующие пункты:

- принцип метода исследования однородности;
- методика выполнения измерений аттестованных значений;
- расчет характеристики погрешности от неоднородности.

6.5.1 В первом пункте излагают сущность метода исследования, неоднородности материала СО и дают ссылку на документ, если характеристику погрешности от неоднородности оценивают в соответствии с ГОСТ 8.531.

6.5.2 во втором пункте излагают МВИ, используемую для исследования неоднородности СО, или дают ссылку на устанавливающий ее документ.

6.5.3 В третьем пункте излагают алгоритм обработки полученных результатов измерений с целью оценки характеристики погрешности от неоднородности.

6.6 Подраздел «Исследование стабильности» разбивают на следующие пункты:

- принцип метода исследования стабильности;
- МВИ аттестованных значений;
- расчет характеристики погрешности от нестабильности и установление срока годности экземпляра СО.

6.6.1 В первом пункте излагают сущность метода исследования стабильности, выбранного для установления срока годности СО.

6.6.2 Во втором пункте излагают МВИ, используемую для исследования стабильности СО, или дают ссылку на устанавливающий ее документ.

6.6.3 В третьем пункте излагают алгоритм оценки характеристики погрешности от нестабильности и определения расчета срока годности экземпляра СО.

6.7 В подразделе «расчет метрологических характеристик СО» приводят алгоритм расчета МХ (например, при учете погрешностей от нестабильности или неоднородности материала СО, при дальнейшей обработке результата, полученного по МВИ). Если результат, полученный по МВИ, является аттестованным значением СО, а приписанная погрешность МВИ – погрешностью аттестованного значения СО, то делают соответствующую запись.

6.8 В подразделе «Форма представления метрологических характеристик СО» приводят форму представления численных значений МХ СО для внесения в паспорт в соответствии с требованиями приложения Б ГОСТ 8.315.

Приложение А

ПРИМЕР ОФОРМЛЕНИЯ

СОГЛАСОВАНО	УТВЕРЖДЕНО
зам. директора ФГУП «УНИИМ»	Начальник НИО ЗАО «Дельта»
_____ И.Е.Добровинский	_____И.И.Иванов
«_____»_____2003 г.	«_____»_____2003 г.

М Е Т О Д И К А

метрологической аттестации

стандартного образца состава «Бета»

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на СО состава «Бета» и устанавливает проведение его исследований с целью определения значений метрологических характеристик СО, нормированных в ТЗ, утвержденном 21.01.2001 г., и приведенных ниже.

Аттестуемая характеристика:

массовая доля альфа – не менее 93%;

Границы допускаемого значения погрешности аттестованного значения: 4% при доверительной вероятности 0,95.

Метрологическую аттестацию каждой партии стандартного образца проводят в соответствии с программой, согласованной с ФГУП «УНИИМ» 11.02.2002 г.

1 Подготовка к аттестации

1.1 Определение температуры плавления материала СО проводят в соответствии с ГОСТ 18995.4-73. Температура плавления должна находиться в интервале от 67 до 69°С.

1.2 Элементный анализ проводят в соответствии с аттестованной «МВИ содержания углерода, водорода и азота в органических веществах автоматическим элементным анализатором фирмы Карло-ЭРБА» (МКХА ЗАО «Дельта» № 03-01 - приложение А к настоящей методике). Массовая доля углерода должна находиться в диапазоне от 76 до 77 %, массовая доля водорода – от 12,0 до 12,5 %.

1.3 Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870 (п.3). Содержание воды не должно превышать 0,1%.

1.4 Идентификацию примесей и предварительную оценку чистоты материала СО проводят методом ГЖХ с ПИД.

Условия проведения анализа – в соответствии с «МВИ массовой доли примесей гамма в стандартном образце состава «Бета» методом газожидкостной хроматографии» (МКХА ЗАО «Дельта» № 04-02 – приложение Б к настоящей методике).

Сумма примесей гамма должна составлять не более 7,0 %.

2 Экспериментальные исследования метрологических характеристик стандартных образцов

2.1 Определение аттестованного значения СО

Аттестованное значение массовой доли альфа устанавливают в соответствии с МИ 2574 «косвенным методом», как разность между значением массовой доли суммы альфа и гамма и результатом измерений массовой доли примесей гамма.

2.1.1 Определение массовой доли суммы альфа и гамма

Значение массовой доли суммы альфа и гамма устанавливают по аттестованной «МВИ массовой доли суммы альфа и гамма в стандартном образце состава «Бета» методом кислотно-основного титрования» (МКХА ЗАО «Дельта» № 05-02 – приложение В к настоящей методике). в качестве титранта используют СО состава натрия углекислого (ГСО 4086-87).

2.1.2 Определение содержания примесей гамма в материале СО

Проводят анализ материала СО в соответствии с МВИ по приложению Б.

2.2 исследование однородности СО

Для исследования однородности СО из разных мест аттестуемой партии СО отбирают 12 проб, масса каждой – около 0,1 г. В каждой пробе проводят по три параллельных определения в соответствии с МВИ по приложению Б. По результатам измерений рассчитывают массовую долю основного компонента – альфа. полученные значения массовой доли основного компонента обрабатывают в соответствии с ГОСТ 8.531.

2.3 Исследование стабильности СО

Исследование стабильности СО программой не предусмотрено.

3 Расчет метрологических характеристик стандартного образца

3.1 Аттестованное значение СО – массовой доли альфа ($A_{со}$, %) рассчитывают по формуле

$$A_{со} = \overline{X} - \overline{X}_у \quad (1),$$

где $\overline{X}$ - результат измерений в соответствии с МВИ по приложению В;

$\overline{X}_у$ -результат измерений в соответствии с МВИ по приложению Б.

Рассчитывают погрешность аттестованного значения СО ($\Delta_{СО}$) по формулам:

$$\Delta_{\tilde{N}\hat{I}} = \sqrt{\Delta^2_{\grave{A}} + 4S^2_{\acute{i}}} \quad (2),$$

$$\Delta_{\grave{A}} = \sqrt{\Delta^2 + \Delta^2_r} \quad (3),$$

где Δ - приписанное значение погрешности МВИ по приложению В ($\Delta = 0{,}024 \cdot \overline{X}$);

$\Delta_у$ – приписанное значение погрешности МВИ по приложению Б ($\Delta_у = 0{,}0032 \cdot \overline{X}_у$);

$S_н$ – характеристика однородности.

Результаты записывают, оставляя не более одной цифры после запятой.

4 Форма представления метрологических характеристик стандартного образца

Результаты аттестации партии СО вносят в паспорт в соответствии с ГОСТ 8.315. Пример заполнения паспорта приведен ниже.

Аттестованная характеристика СО	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение СО	Абсолютная погрешность аттестованного значения при P=0,95
Массовая доля альфа	%	94,1	± 3,6

Приложение А «МВИ содержания углерода, водорода и азота в органических веществах автоматическим элементным анализатором фирмы Карло-ЭРБА» (МКХА ЗАО «Дельта» № 03-01)».

Приложение Б «МВИ массовой доли примесей гамма в стандартном образце состава «Бета» методом газожидкостной хроматографии» (МКХА ЗАО «Дельта» № 04-02)».

Приложение В «МВИ массовой доли суммы альфа и гамма в стандартном образце состава «Бета» методом кислотно-основного титрования» (МКХА ЗАО «Дельта» № 05-02).

Приложение Б

ПОСТРОЕНИЕ И СОДЕРЖАНИЕ МЕТОДИКИ ПРИГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Методика приготовления СО, как правило, включает вводную часть и следующие разделы:

«Технические требования»;

«Подготовка исходных веществ»;

«Приготовление материала СО»;

«Методика аттестации СО»;

«Упаковка, хранение и транспортирование»;

«Гарантии изготовителя».

Допускается исключать или объединять указанные разделы, а также включать дополнительные разделы с учетом специфики СО.

Б.1 Во вводной части определяют назначение методики.

Вводную часть излагают в следующей редакции: «Настоящая методика устанавливает изготовление и аттестацию СО (указать наименование). При соблюдении предъявленных условий методика обеспечивает получение СО с метрологическими характеристиками (далее - МХ), действительные значения которых не выходят за границы нормированных значений, нормированных в ТЗ, и приведенных в разделе 1.

Методика предназначена для использования на (указать наименование предприятия)».

Б.2 Раздел «Технические требования» состоит из подразделов:

- метрологические характеристики (приводят наименование и нормированные значения определяемых МХ в соответствии с ГОСТ 8.315);
- требования к исходному материалу (перечисляют вещества, из которых изготавливают материал СО, с указанием нормативных документов на них), сортов или марок; требования к его подготовке, а также к составу и свойствам, вытекающие из условий выполнения измерений и применения СО; требования, указываемые в паспорте в графе «Дополнительные сведения»);
- требования безопасности (перечисляют меры безопасности при изготовлении и исследовании СО);
- требования к квалификации оператора (указывают квалификационные требования к операторам, проводящим работу на разных стадиях: по изготовлению СО, проведению аттестационного анализа, обработке результатов и т.д.).

Б.3 Раздел «Подготовка исходных веществ» включает при установлении МХ СО по процедуре приготовления. При использовании других способов раздел (при необходимости) включают как подраздел Б.4.

Раздел разбивают на подразделы по числу исходных веществ, в каждом из которых излагают:

- процедуру (технологию) подготовки исходных веществ с указанием необходимых реактивов и оборудования;
- процедуру контроля качества (установление содержания аттестуемых компонентов в исходных веществах или контроль состава и свойств на соответствие требованиям, приведенным в разделе Б.2) с указанием необходимых реактивов, оборудования и средств измерений (далее - СИ); если процедуры проводят по МВИ, то они могут быть изложены в этом подразделе или приведены в приложении;
- требования к упаковке, маркировке подготовленных веществ (при необходимости);
- сроки и условия хранения (при необходимости).

Примечание – Если исходные вещества готовят на другом предприятии, то указывают его наименование и условия транспортировки.

Б.4 Раздел «Приготовление материала СО» разбивают на следующие подразделы:

- условия приготовления (приводят температуру, влажность и др. влияющие факторы);
- СИ (перечисляют используемые СИ, в том числе стеклянные меры вместимости), вспомогательное оборудование;
- процедура (технология приготовления СО (подробно описывают технологию приготовления СО – синтез, очистка, приготовление растворов, сплавов и т.д.).

Б.5 Раздел «Методика аттестации СО» состоит из подразделов:

- наименование и сущность метода установления аттестованных значений СО;
- подготовка к аттестации;
- расчет МХ СО;
- форма представления МХ СО;

Б.5.1 В первом подразделе указывают способ установления аттестованного значения СО с указанием физико-химических методов анализа и принципа передачи размера единицы аттестуемой величины. Например, «Значение аттестуемой характеристики (массовой концентрации ионов калия) устанавливают по аттестованной МВИ массовой концентрации ионов калия методом комплексонометрического титрования с использованием в качестве титранта ГСО (указывают номер по Госреестру). Свидетельство об аттестации МВИ № ...».

Следующие подразделы излагают согласно 6.3 – 6.8 настоящей рекомендации.

Б.6 Раздел «Упаковка, хранение и транспортирование» состоит из подразделов:

- упаковка, маркировка (указывают виды и методы фасовки, упаковки и маркировки СО);
- регистрация, хранение и транспортирование (указывают порядок и способ регистрации партий и экземпляров (для СО, аттестуемых поэкземплярно), условия и способы хранения и транспортирования с указанием нормативных документов.

РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОГРАММАМ И МЕТОДИКАМ АТТЕСТАЦИИ
МИ 2838-2003

Редактор *И.А.Питерских*
Технический редактор *В.С.Кутдусова*

УНИИМ
620219 Россия, г.Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

gost.e-ecolog.ru