3

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

РД 50—674—88

5 коп.

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1989

gost.e-ecolog.ru

УДК 389.1.0025 : 543.062 Группа Т50

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Основные положения

РД 50—674—88

ОКСТУ 0008

Дата введения 01.01.89

Настоящие методические указания распространяются на количественный химический анализ проб веществ и материалов, проводимый в процессе их испытаний, контроля или исследований в системе промышленного производства, охраны окружающей среды, здравоохранения, агрохимического комплекса, при поисковых и геологоразведочных работах, в других областях, и устанавливают основные положения метрологического обеспечения количественного химического анализа.

Методические указания разработаны в развитие ГОСТ 1.25—76.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Количественный химический анализ пробы вещества (КХА) — *экспериментальное определение содержания* (массовой или объемной доли, молярной концентрации и т. д.) одного или ряда компонентов вещества в пробе физическими, физико-химическими, химическими или другими методами. КХА проводят согласно методике анализа, узаконенной в установленном порядке, посредством косвенных измерений либо путем прямых измерений с использованием приборов специального назначения.

Примечание. Процедура КХА как правило включает операции по преобразованию пробы в форму, обеспечивающую надежное и точное определение компонента данным методом.

1.2. Результат КХА — установленное содержание компонента вещества в пробе следует выражать в единицах физических величин, допущенных к использованию в стране, с указанием характеристик его погрешности или их статистических оценок.

Примечание. Для результата КХА, полученного по стандартизованной или аттестованной методике, допускается вместо характеристик его погрешности (нормы погрешности или приписанной характеристики погрешности результата КХА) давать ссылку на документ (стандарт, методические указания и т. д.), где они установлены.

© Издательство стандартов, 1989

1.3. Метрологическое обеспечение КХА основывается на общих положениях метрологического обеспечения, установленных ГОСТ 1.25—76.

1.4. Научной основой метрологического обеспечения КХА являются теоретические и методические положения метрологии и аналитической химии.

1.5. Общие требования, правила и нормы метрологического обеспечения КХА устанавливают в стандартах Государственной системы обеспечения единства измерений и других систем стандартов, руководящих документах Госстандарта СССР, в методических указаниях метрологических институтов, в документах отраслей и предприятий.

1.6. Общее методическое руководство работами по метрологическому обеспечению КХА осуществляет Государственная метрологическая служба СССР в лице Госстандарта СССР и его органов.

Научно-методическое руководство метрологическим обеспечением КХА в рамках отраслей, координацию работ (в том числе по обеспечению КХА стандартными образцами) и ведомственный контроль (в том числе в форме аттестации аналитических лабораторий) осуществляют головные (базовые) организации метрологической службы отраслей или, по их поручению, головные (базовые) организации по аналитическому контролю или стандартным образцам.

Практическую реализацию метрологического обеспечения КХА осуществляют аналитические и метрологические службы предприятий (организаций) отраслей и ведомств.

1.7. Обязанности по обеспечению требуемой точности результатов КХА возлагаются на руководителей аналитических и метрологических служб, а также руководителей предприятий (организаций).

1.8. Метрологические и аналитические службы и их подразделения (лаборатории) подлежат аттестации в порядке, установленном Госстандартом СССР (отраслью).

1.9. Государственный надзор за метрологическим обеспечением КХА осуществляют территориальные органы Госстандарта СССР в соответствии с установленным порядком. Ведомственный контроль за метрологическим обеспечением КХА осуществляют в порядке, установленном в отрасли.

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

2. СОДЕРЖАНИЕ РАБОТ ПО МЕТРОЛОГИЧЕСКОМУ ОБЕСПЕЧЕНИЮ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

2.1. Метрологическое обеспечение КХА включает в себя следующие основные виды работ:

1) установление норм погрешностей результатов КХА;

2) воспроизведение и передачу размеров единиц физических величин, характеризующих состав веществ или их свойства, функционально связанные с составом этих веществ;

3) разработку стандартных образцов, аттестованных смесей, стандартных справочных данных и рекомендуемых справочных данных;

4) обеспечение единообразия используемых в КХА средств измерений при разработке, выпуске в обращение, эксплуатации и ремонте и соответствия их государственным (ведомственным) или локальным поверочным схемам и другим нормативным документам;

5) обеспечение в методиках КХА выполнения необходимых метрологических требований;

6) метрологический контроль КХА;

7) разработку комплекса нормативных документов, положений, правил по обеспечению требуемой точности результатов КХА;

8) государственный надзор и ведомственный контроль за состоянием КХА, включая метрологическую аттестацию аналитических лабораторий.

2.2. Нормы погрешности результатов КХА должны быть взаимоувязаны (с учетом сферы их использования) с нормами погрешностей результатов испытаний, с заданными показателями достоверности результатов контроля состава веществ.

Допускается установление норм погрешности результатов КХА по соглашению между заинтересованными сторонами, например, изготовителем и потребителем на основе реально достижимого уровня точности результатов КХА с учетом опыта практического применения методик КХА.

Нормы погрешности результатов КХА должны быть установлены в стандартах норм погрешности измерений либо в нормативно-технической документации (НТД), регламентирующей методики КХА или химический состав веществ, а также должны быть приведены в технических заданиях на разработку (пересмотр) методик КХА.

2.3. Воспроизведение и передача размеров единиц физических величин, характеризующих состав веществ или их свойства, функционально связанные с составом, должны осуществляться с помощью:

1) эталонов единиц физических величин, установок высшей точности, образцовых средств измерений, узаконенных и допущенных к применению в соответствии с требованиями действующих НТД Государственной системы обеспечения единства измерений;

2) стандартных образцов, аттестованных смесей веществ;

3) стандартных справочных данных, рекомендуемых справочных данных;

4) чистых веществ и реактивов, точность установления состава которых достаточна для проведения метрологических работ, а также стабильных веществ, проанализированных по аттестованным методикам КХА с точностью, достаточной для проведения метрологических работ (далее — веществ известного состава).

2.4. Для обеспечения единообразия средств измерений, используемых в КХА, при их разработке, выпуске в обращение, эксплуатации и ремонте необходимо осуществлять:

1) аттестацию:

государственных эталонов единиц физических величин по ГОСТ 8.057—80, РД 50—181—80;

установок высшей точности по ГОСТ 8.525—85;

стандартных образцов (государственных по ГОСТ 8.316—78, отраслевых стандартных образцов и стандартных образцов предприятий — в порядке, установленном в отрасли, на предприятии); аттестованных смесей — в порядке, установленном Госстандартом СССР;

данных о физических константах и свойствах веществ и материалов по ГОСТ 8.344—79;

образцовых средств измерений по МИ 1318—86 и ГОСТ 8.326—78;

нестандартизованных аналитических приборов и аналитических комплексов универсального назначения при их выпуске заводом-изготовителем или из ремонта по ГОСТ 8.326—78 с применением образцовых средств измерений по МИ 1318—86, стандартных образцов свойств веществ, веществ стабильного состава;

нестандартизованных аналитических приборов и аналитических комплексов универсального назначения при их эксплуатации путем метрологической аттестации методик КХА по ГОСТ 8.505—84, предусматривающих их использование, (такой прибор или комплекс считают аттестованным при соответствии характеристик погрешности результатов анализа, выполненного по методике КХА, нормам погрешности результатов КХА);

нестандартизованных аналитических приборов и аналитических комплексов специального назначения по ГОСТ 8.326—78 с применением стандартных образцов, аттестованных смесей состава веществ или веществ известного состава;

2) метрологическую экспертизу технических заданий на разработку средств измерений по МИ 1314—86, метрологическую экспертизу конструкторской и технологической документации — по МИ 1325—86 и ГОСТ 8.326—78 (для нестандартизованных средств измерений);

3) государственные испытания средств измерений по ГОСТ 8.001—80 и ГОСТ 8.383—80; ведомственные испытания — в порядке, установленном в отрасли (ведомстве);

4) периодическую поверку:

стандартизованных средств измерений по ГОСТ 8.002—85 и ГОСТ 8.513—84 с применением образцовых средств измерений по МИ 1318—86, стандартных образцов, аттестованных смесей или веществ известного состава;

нестандартизованных аналитических приборов и аналитических комплексов универсального назначения при их эксплуатации путем проведения регламентированных в методиках КХА, предусматривающих их использование, процедур контроля точности результатов КХА (при выполнении нормативов контроля метрологические характеристики такого прибора или комплекса считают соответствующими установленным требованиям);

нестандартизованных аналитических приборов и аналитических комплексов специального назначения по ГОСТ 8.326—78 с применением стандартных образцов, аттестованных смесей состава веществ или веществ известного состава;

5) градуировку:

аналитических приборов и аналитических комплексов специального назначения в соответствии с технической документацией на соответствующие приборы и комплексы;

аналитических приборов и аналитических комплексов универсального назначения в соответствии с нормативной документацией на методики КХА.

2.5. Для обеспечения в методиках КХА выполнения метрологических требований необходимо осуществлять:

1) проведение исследований по установлению приписанных характеристик погрешности результатов КХА и нормативов их оперативного контроля в процессе разработки методик КХА;

2) проведение метрологической экспертизы стандартизуемых методик КХА, включающих проверку соответствия приписанных характеристик погрешности нормам погрешности результатов КХА, в порядке, установленном Госстандартом СССР или принятом в отрасли по согласованию с Госстандартом СССР;

3) проведение метрологической аттестации нестандартизованных методик КХА с учетом требований ГОСТ 8.505—84.

2.6. Метрологический контроль КХА, предусматривающий установление и применение комплекса положений и правил, определяющих организацию и методику проведения работ по проверке соответствия точности результатов КХА установленным требованиям (нормам погрешностей результатов КХА), должен осуществляться на базе применения:

метрологически аттестованных или стандартизованных методик КХА;

стандартных образцов, аттестованных смесей или веществ известного состава;

нормативов контроля точности результатов КХА, взаимоувязанных с нормами погрешностей результатов КХА.

2.7. Метрологический контроль КХА проводят путем:

1) внутрилабораторного оперативного контроля точности результатов КХА по процедуре, регламентированной в методике КХА;

2) внутрилабораторного статистического контроля точности результатов КХА по процедуре, регламентированной в отраслевых НТД по контролю точности результатов КХА;

3) внешнего контроля качества работы аналитических лабораторий по процедуре, регламентированной в отраслевых документах по контролю точности результатов КХА и документах Госстандарта СССР по Государственному надзору за состоянием метрологического обеспечения КХА.

2.8. Государственный надзор и ведомственный контроль за метрологическим обеспечением КХА осуществляются в процессе проведения аттестации аналитических лабораторий, проверок состоя-

ния и применения средств измерений и методик КХА, комплексных проверок, осуществляемых в порядке государственного надзора и ведомственного контроля за внедрением и соблюдением стандартов, технических условий, метрологическим обеспечением и качеством продукции.

3. ПЛАНИРОВАНИЕ РАБОТ ПО МЕТРОЛОГИЧЕСКОМУ ОБЕСПЕЧЕНИЮ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

3.1. Планирование метрологического обеспечения КХА осуществляют с учетом долгосрочных комплексных прогнозов создания и совершенствования отраслевых систем стандартных образцов, развития Государственной службы стандартных образцов и научных исследований в области стандартизации и метрологии КХА в СССР.

3.2. Задания по развитию и совершенствованию метрологического обеспечения КХА включают в целевые комплексные программы исследований, в программы по решению важнейших научно-технических проблем, программы метрологического обеспечения отраслей народного хозяйства, комплексные межотраслевые программы метрологического обеспечения по видам и областям измерений, в комплексную программу метрологического обеспечения измерений состава и свойств веществ и материалов на базе применения стандартных образцов, в координационный план научно-исследовательских работ АН СССР по направлению «Аналитическая химия», в межотраслевые комплексные программы ГСССД, программы комплексной стандартизации СССР, в пятилетние и годовые планы государственной, отраслевой и республиканской стандартизации.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Термины и их определение

Термин	Определение
Прямое измерение	Измерение, при котором искомое значение величины находят непосредственно из опытных данных (по ГОСТ 16263—70) Пример. Измерение молярной концентрации глюкозы в пробе крови с использованием экспресс-анализатора глюкозы, шкала которого отградуирована в единицах молярной концентрации

Термин	Определение
Косвенное измерение	Измерение, при котором искомое значение величины находят на основании известной зависимости между этой величиной и величинами, подвергаемыми прямым измерениям (по ГОСТ 16263—70) Пример. Нахождение массовой доли фосфора в пробе углеродистой стали с использованием фотоколориметра на основании зависимости между величинами оптической плотности и массовой доли фосфора
Аналитические приборы специального назначения	Аналитические приборы, шкалы которых отградуированы в единицах содержаний определяемых компонентов, предназначенные для прямых измерений содержаний компонентов проб веществ (например, концентратомеры, газоанализаторы и т. д.)
Аналитические приборы универсального назначения	Аналитические приборы, предназначенные для косвенных измерений, требующие индивидуальной градуировки применительно к конкретной аналитической процедуре, устанавливаемой методикой КХА.
Единообразие средств измерений	Состояние средств измерений, характеризующееся тем, что они проградуированы в узаконенных единицах, и их метрологические свойства соответствуют нормам (по ГОСТ 16263—70)
Аттестованная смесь веществ	Нестандартизованное средство измерения в виде смеси веществ, изготовленной в соответствии с методикой, регламентированной в утвержденной документации, с аттестованными по процедуре приготовления содержанием одного или нескольких компонентов и характеристиками погрешностей установления этих содержаний
Норматив контроля точности результатов КХА	Числовое значение, являющееся критерием для признания характеристик результатов КХА соответствующими либо не соответствующими установленным требованиям.
Нормы погрешностей результатов КХА	Характеристики погрешностей результатов КХА, задаваемые в качестве допускаемых в соответствии с требуемой точностью КХА
Приписанные характеристики погрешности результатов КХА	Характеристики погрешности результатов КХА, установленные в процессе аттестации или стандартизации методики КХА, приписываемые совокупности результатов КХА, полученных по этой методике

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАНЫ Государственным комитетом СССР по стандартам, Министерством цветной металлургии СССР, Академией наук СССР, Министерством черной металлургии СССР, Министерством авиационной промышленности СССР.

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. Г. Семенко, канд. техн. наук; **В. И. Панева,** канд. техн. наук (руководители темы); **С. П. Шпакова; Ю. С. Бессонов,** канд. хим. наук; **Ю. А. Карпов,** д-р хим. наук; **Л. Н. Филимонов,** д-р физ.-мат. наук; **Б. Я. Каплан,** д-р хим. наук; **Н. М. Кузьмин,** д-р хим. наук; **И. М. Кузьмин,** канд. экон. наук; **Г. И. Фридман,** канд. техн. наук.

2. УТВЕРЖДЕНЫ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 сентября 1988 г. № 3164

3. ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 1.25—76	1.3
ГОСТ 8.001—80	2.4, перечисление 3
ГОСТ 8.002—86	2.4, перечисление 4
ГОСТ 8.057—80	2.4, перечисление 1
ГОСТ 8.326—78	2.4, перечисления 1, 2, 4
ГОСТ 8.344—79	2.4, перечисление 1
ГОСТ 8.383—81	2.4, перечисление 3
ГОСТ 8.505—84	2.4, перечисление 1, 2.5, перечисление 3
ГОСТ 8.513—84	2.4, перечисление 4
ГОСТ 8.525—85	2.4, перечисление 1
РД 50—181—80	2.4, перечисление 1
ГОСТ 8.316—78	2.4, перечисление 1
МИ 1314—86	2.4, перечисление 2
МИ 1318—86	2.4, перечисление 1, 4
МИ 1325—86	2.4, перечисление 2

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Основные положения

РД 50—674—88

Редактор *Н. А. Аргунова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *М. С. Кабашова*

Н/К

Сдано в наб. 30.11.88 Подп. в печ. 23.02.89 Формат 60×90$^{1}/_{16}$ Бумага типографская № 2 Гарнитура литературная Печать высокая 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,60 уч.-изд. л. Тираж 10 000 Цена 5 к. Изд. № 10458/4

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 3258

gost.e-ecolog.ru