

МИ 1992-98

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.

**МИ 1992-98**

**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<br>ПРИГОТОВЛЕНИЯ МАТЕРИАЛА СО .....                           | 2 |
| 6 ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ МЕТОДИКИ АТТЕСТАЦИИ СО..   | 4 |
| 7 УСТАНОВЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СО ...  | 4 |
| Приложение А (справочное) ПРИМЕРЫ ОЦЕНИВАНИЯ<br>СОСТАВЛЯЮЩИХ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТОВАННОГО<br>ЗНАЧЕНИЯ СО ..... | 6 |

## 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 ( $D_m$ ). Значения вычисляют по известным характеристикам погрешности определения содержания аттестуемых компонентов.

7.4 Характеристику погрешности технологии приготовления СО выражают в виде полуширины интервала ( $D_T$ ) 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 ( $S_n$ ).

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

$$D_A = \{D_m^2 + D_T^2 + 4 \times S_n^2\}^{0.5}.$$

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  $A$  вычисляют по формуле

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

где  $q_1$  и  $q_2$  - действительные значения количеств исходных материалов.

В практике разработки СО наиболее часто встречается случай, когда содержание аттестуемого компонента ( $A$ ) 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

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

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 ( $A$ ):

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

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

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

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

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

Погрешность  $D_T$ , 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

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

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 оценивают границу возможных значений ( $D_p$ ) или показывают незначимость вклада составляющей ( $D_p$ ).

В общем случае погрешность технологии  $D_T$  оценивают по формуле

$$D_T = \{D_Q^2 + D_p^2\}^{0,5}. \quad (7)$$

Характеристику погрешности от неоднородности СО ( $S_m$ ) 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

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

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

$$D_m = \left\{ \sum_{n=1}^N (D_{in} \cdot P_n)^2 \right\}^{0.5},$$

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

$$D_{qi} = \left\{ \sum_{n=1}^N (A_{in} - A_i)^2 \cdot (Dq_n / Q^2) \right\}^{0.5}. \quad (10)$$

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  $i \neq n$  и  $A_{ii} \neq 0$  для  $i=1, \dots, N-1$ ,  $A_{NN}=0$ .

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  $i=1, \dots, N-1$ ,

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

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

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