

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

СМЕСИ АТТЕСТОВАННЫЕ

Общие требования к разработке

State system for ensuring the uniformity of measurements. Attested mixtures.
General requirements for development

МКС 17.020

Дата введения — 2004—07—01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 23 от 22 мая 2003 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Армгосстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 января 2004 г. № 47-ст РМГ 60—2003 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на аттестованные смеси веществ, предназначенные для метрологического обеспечения измерений содержания компонентов веществ и материалов, и содержат общие требования к порядку их разработки.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные документы:

ГОСТ 8.010—90¹⁾ Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 8.531—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

РМГ 29—99 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

¹⁾ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

3 Термины, определения и сокращения

В настоящих рекомендациях применены следующие термины с соответствующими определениями и сокращениями:

3.1 **стандартный образец**; СО: По ГОСТ 8.315.

3.2 **методика выполнения измерений**; МВИ: По ГОСТ 8.010.

3.3 **аттестация МВИ**: По ГОСТ 8.010.

3.4 **средство измерений**; СИ: По РМГ 29.

3.5 **сертификация СИ**: По РМГ 29.

3.6 **калибровка СИ**: По РМГ 29.

3.7 **аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь)**; АС: Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величин, характеризующих состав смеси.

Примечания

- 1 АС по метрологическому назначению выполняют функции СО состава веществ.
- 2 АС может представлять собой смесь газов, раствор, суспензию и т. п.
- 3 Методику приготовления АС обычно устанавливают нормативным документом.
- 4 АС не подлежит серийному производству. Как правило, АС готовят на месте применения.

3.8 методика приготовления АС: Установленная совокупность требований, операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение материала АС с установленными метрологическими характеристиками.

3.9 аттестация АС по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления (аттестация АС): Установление значений метрологических характеристик АС расчетным путем на основе использования известных или специально исследованных в процессе разработки АС характеристик и количественных соотношений исходных веществ, применяемых для приготовления АС путем их смешивания.

3.10 метрологические характеристики АС: Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценивания погрешностей этих результатов.

3.11 аттестуемая характеристика АС: Величина, характеризующая содержание определенного компонента вещества (материала) АС, значение которой подлежит установлению при аттестации АС.

Примечания

- 1 Аттестуемой характеристикой АС может являться содержание (молярная, массовая или объемная доля, массовая или молярная концентрация и т. п.) химических элементов, их изотопов, соединений химических элементов или их структурных составляющих.
- 2 АС может иметь несколько аттестуемых характеристик.

3.12 аттестованное значение АС: Значение аттестуемой характеристики АС, установленное при аттестации АС.

Примечание — Различные экземпляры АС, приготовленные по одной и той же методике, могут иметь одинаковые (приписанные) или различающиеся в установленных пределах аттестованные значения.

3.13 погрешность аттестованного значения АС (погрешность АС): Отклонение аттестованного значения АС от истинного значения аттестуемой характеристики экземпляра АС, а также любой его части (доли, навески), используемой для измерений.

Примечания

- 1 Погрешность АС характеризуют границами, в пределах которых погрешность находится с заданной вероятностью.
- 2 Различные экземпляры АС, приготовленные по одной и той же методике, могут иметь одинаковые (приписанные) или различающиеся в установленных пределах значения погрешности.

3.14 погрешность от исходных материалов АС: Составляющая погрешности аттестованного значения АС, обусловленная погрешностями значений величин, характеризующих состав смешиваемых веществ (материалов) и необходимых для установления аттестованного значения АС.

3.15 погрешность процедуры приготовления АС: Составляющая погрешности аттестованного значения АС, обусловленная инструментальными, технологическими и методическими погрешностями процедуры приготовления АС.

Примечание — Погрешность процедуры приготовления АС включает в себя погрешности измерений масс и объемов веществ, погрешности, связанные с потерями веществ в процессе приготовления АС, погрешности, связанные с загрязнением материала АС в процессе приготовления, и т. п.

3.16 погрешность от неоднородности материала АС: Составляющая погрешности аттестованного значения АС, обусловленная отклонением действительных значений аттестованной характеристики АС в любой наименьшей представительной пробе АС от аттестованного значения.

Примечание — Погрешность от неоднородности материала АС определяют для АС, представляющих собой неоднородный материал, который может быть использован частями. Погрешность от неоднородности материала АС характеризуют средним квадратическим отклонением при заданной

наименьшей представительной пробе АС — характеристикой однородности материала АС.

3.17 погрешность от нестабильности материала АС: Составляющая погрешности аттестованного значения АС, обусловленная изменением действительного значения аттестуемой характеристики АС в течение срока годности экземпляра АС.

3.18 наименьшая представительная проба АС: Наименьшее количество (масса или объем) материала АС, сохраняющее все метрологические характеристики АС.

3.19 срок годности экземпляра АС: Интервал времени, исчисляемый от момента приготовления экземпляра АС, в течение которого при соблюдении условий хранения гарантировано соответствие метрологических характеристик экземпляра АС значениям, установленным при аттестации.

3.20 экземпляр АС: Определенное количество материала АС, приготовленное в соответствии с методикой приготовления АС.

3.21 приписанные значения метрологических характеристик АС: Значения метрологических характеристик, установленные в результате аттестации АС при ее разработке, и приписываемые любому экземпляру АС, приготовленному при полном соблюдении требований и правил методики приготовления АС.

4 Общие положения

4.1 АС разрабатывают и допускают к применению в случаях, если создание СО соответствующих типов затруднено из-за низкой временной стабильности состава материала АС или экономически не оправдано.

4.2 АС предназначены для метрологического обеспечения измерений содержания компонентов веществ (материалов) путем применения при:

- контроле метрологических характеристик СИ при проведении их сертификации;
- калибровке, градуировке СИ;
- установлении значений метрологических характеристик МВИ при их аттестации;
- выполнении измерений методом сравнения;
- контроле погрешности измерений по аттестованным МВИ.

4.3 Экземпляр АС готовят путем смешивания (разбавления, растворения, механического перемешивания и т. д.) нескольких исходных веществ (материалов) в соответствии с определенной методикой. Методика приготовления АС должна обеспечивать получение экземпляра АС с известными значениями метрологических характеристик.

4.4 Метрологическими характеристиками АС являются аттестованное значение АС и погрешность аттестованного значения АС.

4.5 Значения метрологических характеристик АС устанавливают при аттестации АС по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления. В результате аттестации устанавливают приписанные значения метрологических характеристик АС или значения метрологических характеристик каждого приготовленного экземпляра АС.

4.6 Если для АС устанавливают приписанные значения метрологических характеристик, аттестацию АС проводят в процессе ее разработки. Приписанные значения метрологических характеристик АС приводят в документе, устанавливающем методику приготовления АС. В этом случае все экземпляры АС, приготовленные по одной методике, имеют одинаковые значения метрологических характеристик.

4.7 Если аттестацию проходит каждый приготовленный экземпляр АС, методика приготовления АС устанавливает способ расчета метрологических характеристик АС (методику аттестации) и содержит все необходимые для проведения этого расчета данные.

4.8 Методика приготовления АС может быть установлена:

- документом (частью, разделом документа) на проведение работ конкретных видов, предусматривающих применение АС (программами испытаний СИ при их сертификации, документами на методики калибровки СИ, программами аттестации МВИ, документами на МВИ, документами на методы испытаний и контроля и т. п.);
- отдельным документом (стандартом, инструкцией, рекомендациями) на методику приготовления АС.

Примечания

1 Отдельный документ на методику приготовления АС разрабатывают при отсутствии описания методики приготовления АС в нормативных документах, а также в случае необходимости внесения изменений в методику приготовления АС, установленную нормативным документом.

2 Рекомендации по содержанию, построению и изложению документа (раздела или части документа),

устанавливающего методику приготовления АС, приведены в приложении А. Пример документа на методику приготовления АС приведен в приложении Б.

5 Порядок разработки аттестованных смесей

5.1 Разработка АС в общем случае включает в себя следующие этапы:

- разработку требований к составу АС и значениям метрологических характеристик с учетом назначения АС;
- выбор СИ, вспомогательного оборудования, исходных веществ и материалов, необходимых для приготовления АС;
- разработку процедуры приготовления АС;
- проведение исследований и экспериментальных работ по оцениванию погрешности от неоднородности материала АС и подтверждению срока годности экземпляра АС (при необходимости);
- разработку способа расчета значений метрологических характеристик АС (методики аттестации АС);
- установление приписанных значений метрологических характеристик АС (в необходимых случаях);
- составление документа (части или раздела документа) на методику приготовления АС, его экспертизу и утверждение.

5.2 Разработку АС, предназначенных для контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях для целей сертификации и для калибровки СИ, осуществляют при разработке программ испытаний СИ и методик калибровки в порядке, предусмотренном нормативными документами на выполнение данных работ. Методики приготовления АС приводят в тексте (отдельном разделе или приложении) программ испытаний или документов на методики калибровки СИ.

5.3 Разработку АС, предназначенных для метрологического обеспечения МВИ (аттестация МВИ, градуировка СИ при выполнении измерений по МВИ, выполнение измерений методом сравнения, контроль погрешности результатов измерений по аттестованным МВИ и т. п.), осуществляют при разработке соответствующих МВИ в порядке, предусмотренном ГОСТ 8.010. Методики приготовления АС приводят в тексте (отдельном разделе или приложении) программ аттестации МВИ или в соответствующих разделах документа на МВИ.

5.4 Экспертизу методики приготовления АС, приведенной в части (разделе) документа на выполнение определенных работ (программе испытаний СИ для целей сертификации или методике калибровки СИ, программе аттестации МВИ, документе на МВИ и т. п.), проводят при экспертизе всего документа в установленном для документов данного вида порядке.

5.5 Разработку АС, методику приготовления которой устанавливают отдельным документом, проводят в порядке, установленном в отрасли или на предприятии.

5.6 Экспертизу документа (части, раздела документа) на методику приготовления АС, которая предназначена для применения в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, осуществляют органы государственной метрологической службы, а также аккредитованные метрологические службы юридических лиц.

5.7 При проведении экспертизы документа на методику приготовления АС устанавливают:

- соответствие построения и содержания документа требованиям приложения А;
- обоснованность выбора СИ, вспомогательных устройств и исходных материалов, предусмотренных методикой приготовления АС;
- обоснованность выбора и правильность описания отдельных операций процедуры приготовления АС;
- наличие и обоснованность требований безопасности при приготовлении и применении АС, условий хранения и, при необходимости, транспортирования;
- правильность наименований и обозначений величин по ГОСТ 8.417;
- полноту и правильность учета составляющих погрешности, вносимых на отдельных стадиях процедуры приготовления АС, и корректность установления значений метрологических характеристик АС;
- соответствие используемых в документе метрологических терминов РМГ 29;
- соответствие состава АС и значений ее метрологических характеристик назначению АС и требованиям нормативных документов, предусматривающих применение АС.

6 Требования к исходным материалам и процедуре приготовления аттестованных смесей

6.1 АС могут быть приготовлены из СО состава веществ и материалов, химических реактивов и веществ особой чистоты (в том числе чистых газов), веществ и материалов известного состава. Для всех исходных веществ (материалов), включая разбавитель, растворитель и вещество-основу, должны быть известны значения содержания компонентов, необходимые для аттестации АС, и погрешности этих значений.

6.2 Сведения о содержании компонентов в исходных материалах АС и о погрешностях их определения получают:

- из паспортов (или других документов) на СО — при использовании СО в качестве исходных материалов;
- из сертификатов (паспортов) качества реактивов, веществ и материалов — при использовании в качестве исходных материалов химических реактивов, веществ особой чистоты, веществ и материалов известного состава;
- по результатам экспериментальных исследований исходных веществ (путем использования рабочих эталонов, применения аттестованных МВИ и т. п.).

Примечание — В обоснованных случаях сведения о содержании компонентов в исходных материалах АС и о погрешностях их определения могут быть получены из нормативных документов, устанавливающих требования к показателям качества реактивов, веществ и материалов и методы их испытаний.

6.3 СИ, которые используют для приготовления АС, подлежат поверке или калибровке в соответствии с нормативными документами, устанавливающими порядок и содержание работ по поверке СИ¹⁾.

¹⁾ На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.006—94.

6.4 Процедура приготовления АС должна обеспечивать требуемую однородность и стабильность состава АС в течение срока годности экземпляра АС при соблюдении установленных условий хранения.

6.5 Приготовление АС осуществляют квалифицированные специалисты, имеющие практический опыт подобных работ.

7 Аттестация аттестованных смесей

7.1 Аттестацию АС проводят по методике аттестации с учетом результатов экспериментальных исследований, выполненных в необходимых случаях при разработке АС. Аттестацию АС проводят при разработке АС (установление приписанных значений метрологических характеристик АС) или при приготовлении конкретного экземпляра АС.

Примечание — Аттестацию конкретных экземпляров АС проводят, например, в случае, если затруднено точное дозирование исходных веществ в процессе приготовления АС.

7.2 Аттестованное значение АС устанавливают на основе значений содержания компонентов в исходных материалах смеси, значений масс и объемов веществ, отбираемых в процессе приготовления АС, известных стехиометрических соотношений (если в процессе приготовления смеси происходит химическая реакция между исходными веществами) и других параметров, связанных с процедурой и условиями приготовления смеси. Аттестованное значение АС представляют именованным числом, выражающим значение воспроизводимого АС содержания компонента смеси (аттестуемой характеристики АС) в допущенных к применению единицах.

7.3 Погрешность АС характеризуют границами, в которых погрешность находится с доверительной вероятностью (далее — вероятность) $P = 0,95$. Границы погрешности АС указывают в единицах аттестованного значения АС (абсолютная погрешность) или в процентах аттестованного значения АС (относительная погрешность).

Примечание — Как правило, для АС устанавливают одинаковые по абсолютной величине границы погрешности при $P = 0,95$ и характеризуют погрешность АС абсолютной величиной границы с указанием вероятности P .

7.4 Составляющими погрешности аттестованного значения АС являются:

- погрешность от исходных материалов АС;
- погрешность процедуры приготовления АС;
- погрешность от неоднородности материала АС;
- погрешность от нестабильности материала АС.

7.5 Погрешность от исходных материалов АС, погрешность процедуры приготовления АС и погрешность от нестабильности материала АС характеризуют границами, в которых эти составляющие погрешности аттестованного значения АС находятся с вероятностью $P = 0,95$.

Примечание — Как правило, для АС устанавливают одинаковые по абсолютной величине границы погрешности от исходных материалов АС, погрешности процедуры приготовления АС и погрешности от нестабильности материала АС при $P = 0,95$ и характеризуют каждую из этих составляющих погрешности аттестованного значения АС абсолютной величиной соответствующей границы с указанием вероятности P .

7.6 Погрешность от неоднородности материала АС характеризуют средним квадратическим отклонением с указанием наименьшей представительной пробы (характеристика однородности материала АС).

7.7 Погрешность от исходных материалов АС устанавливают на основе значений погрешности величин, характеризующих состав исходных материалов АС.

Примечание — Значения величин, характеризующих состав исходных материалов АС, могут быть получены путем непосредственных измерений по аттестованным МВИ. При этом погрешности значений этих величин определяют на основе приписанных значений погрешности измерений по МВИ.

7.8 Характеристику однородности материала АС и составляющие погрешности процедуры приготовления АС, связанные с возможными потерями компонентов АС или засорением АС в ходе ее приготовления, в необходимых случаях устанавливают в процессе экспериментальных исследований при разработке АС. Объем экспериментальных исследований должен гарантировать получение достоверных значений величин, которые в дальнейшем используют для установления приписанного значения погрешности АС или значения погрешности экземпляра АС.

Примечание — Значение характеристики однородности материала АС может быть установлено в соответствии с ГОСТ 8.531.

7.9 Процедуру приготовления, условия хранения и срок годности экземпляра АС выбирают таким образом, чтобы доля погрешности от нестабильности материала АС, вносимая в погрешность аттестованного значения АС, была пренебрежимо мала¹⁾. В необходимых случаях проводят экспериментальные исследования, подтверждающие стабильность материала АС в пределах срока годности.

¹⁾ Погрешность от нестабильности материала АС за срок годности экземпляра АС не должна превышать $2/3$ погрешности АС, установленной без учета погрешности от нестабильности.

7.10 В том случае, если для каждой из составляющих погрешности АС верхняя и нижняя границы при вероятности $P = 0,95$ совпадают по абсолютной величине, погрешность АС (абсолютную величину границ погрешности АС при вероятности $P = 0,95$) Δ_{AC} рассчитывают по формуле

$$\Delta_{AC} = \sqrt{\Delta_M^2 + \Delta_n^2 + 4\sigma_n^2}, \quad (1)$$

где Δ_M — погрешность от исходных материалов АС;

Δ_n — погрешность процедуры приготовления АС;

σ_n — характеристика однородности материала АС.

8 Применение аттестованных смесей

8.1 Экземпляры АС применяют по их назначению в соответствии с требованиями и правилами, установленными документами на выполнение работ конкретного вида.

8.2 Каждый экземпляр АС, приготовленный по методике, установленной в утвержденном техническом документе, регистрируют в журнале учета приготовленных экземпляров АС. Рекомендуемая форма журнала учета экземпляров АС приведена в приложении В.

8.3 Каждый экземпляр АС обеспечивают этикеткой (маркировкой), на которой указывают наименование или условное обозначение АС, аттестуемую характеристику, аттестованное значение и погрешность аттестованного значения АС, дату приготовления и срок годности АС. При необходимости на этикетке (маркировке) АС дополнительно может быть указана наименьшая представительная проба и другая информация.

Примечание — В необходимых случаях на экземпляр АС оформляют паспорт.

Приложение А (рекомендуемое)

Содержание документа на методику приготовления аттестованной смеси

А.1 Документ (часть или раздел документа) на методику приготовления АС содержит следующие разделы:

- назначение и область применения;
- метрологические характеристики АС;
- средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы;
- процедура приготовления;
- расчет метрологических характеристик АС;
- требования безопасности;
- требования к квалификации исполнителей;
- требования к упаковке и маркировке;
- условия хранения.

Примечания

1 В одном документе могут быть приведены методики приготовления нескольких АС.

2 Если методика приготовления АС установлена разделом или частью более общего документа, отдельные разделы могут быть общими для всего документа.

3 Раздел «Расчет метрологических характеристик АС» включают в документ в случае, если аттестации подвергают каждый приготовленный экземпляр АС.

А.2 В разделе «Назначение и область применения» указывают метрологическое назначение и область применения АС, приготовление которой установлено методикой.

А.3 В разделе «Метрологические характеристики АС» указывают приписанные значения метрологических характеристик АС — аттестованное значение (значения) АС и границы погрешности аттестованного значения (значений) АС с вероятностью P^1 .

Если для АС не установлены приписанные значения метрологических характеристик, в разделе указывают интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики АС и границы допускаемых значений погрешности АС, установленные с учетом назначения АС.

¹⁾ Если границы погрешности аттестованного значения АС совпадают по абсолютной величине, указывают абсолютное значение границы с вероятностью P .

А.4 В разделе «Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы» приводят перечень необходимых для приготовления АС материалов и оборудования. По соответствующим нормативным документам указывают:

- для СИ — их тип (марку) и погрешность (класс точности);
- для мерной посуды — обозначения;
- для вспомогательного оборудования — тип (марку) и/или требуемые технические характеристики (для нестандартного оборудования приводят чертежи и описания);
- для СО — наименование, категорию, номер по реестру (государственному, отраслевому, предприятия), значения метрологических характеристик (или диапазоны допускаемых аттестованных значений СО и допускаемых значений погрешности СО).

Химические реактивы, чистые вещества, технические продукты и материалы должны быть представлены в виде перечня с указанием их квалификации, сорта (марки) и нормативных документов, устанавливающих требования к показателям качества. Значения величин, которые характеризуют состав исходных веществ и необходимы для аттестации экземпляра АС (или для обеспечения соответствия экземпляра АС приписанным значениям метрологических характеристик АС), должны быть приведены с указанием погрешности их установления.

Примечание — Допускается указывать доверительный интервал, в котором значение величины, характеризующей состав исходного вещества (материала), находится с известной вероятностью.

А.5 В разделе «Процедура приготовления» указывают условия, при которых проводят приготовление АС, и описывают все основные и вспомогательные операции по приготовлению АС (взятие навесок исходных материалов, приготовление вспомогательных растворов, смешивание отдельных компонентов, усреднение и т. п.).

А.6 Раздел «Расчет метрологических характеристик АС» должен содержать описание способа расчета аттестованного значения (значений) АС и погрешности аттестованного значения АС (методику аттестации АС). Методика аттестации должна предусматривать учет всех погрешностей, вносимых на каждой стадии процедуры приготовления АС, погрешности от исходных материалов АС и, при необходимости, погрешности от неоднородности материала АС. В разделе приводят все необходимые числовые данные.

А.7 В разделе «Требования безопасности» приводят сведения о характере и степени возможного воздействия на организм человека веществ (материалов), используемых для приготовления АС и получаемых в процессе и в результате приготовления АС, и описывают необходимые меры предосторожности.

А.8 Раздел «Требования к квалификации исполнителей» содержит сведения об уровне квалификации лиц (профессии, образовании, практическом опыте и т. д.), допускаемых к приготовлению АС.

А.9 В разделе «Требования к упаковке и маркировке» приводят требования к таре, в которую должен быть помещен материал АС после приготовления, и сведения, которые должны быть указаны на этикетке экземпляра АС.

А.10 В разделе «Условия хранения» указывают срок годности экземпляра АС и условия его хранения (условия окружающей среды, условия отбора отдельных порций смеси и т. п.).

Приложение Б (рекомендуемое)

Пример документа на методику приготовления аттестованной смеси

наименование организации

Методика приготовления аттестованного раствора цинка

Б.1 Назначение и область применения методики

Методика устанавливает приготовление аттестованного раствора цинка массовой концентрации 10 мг/дм³. Аттестованный раствор предназначен для проведения контроля погрешности методик выполнения измерений содержания цинка в питьевой и природной поверхностной воде.

Б.2 Метрологические характеристики

Массовая концентрация цинка составляет 10,0 мг/дм³.

Погрешность аттестованного раствора составляет $\pm 0,6$ мг/дм³ при $P = 0,95$.

Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Б.3.1 Средства измерений:

- весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1-2-2-5 по ГОСТ 29227;
- цилиндр 1-10-2 по ГОСТ 1770.

Б.3.2 Вспомогательное оборудование:

- стакан Н-1-100 ТХС по ГОСТ 25336;
- водяная баня.

Б.3.3 Реактивы:

- цинк марки Ц1 по ГОСТ 3640 с массовой долей основного вещества 99,96 %.
- Доверительная погрешность установления массовой доли основного вещества равна 0,01 % при доверительной вероятности $P = 0,95$;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
 - кислота соляная по ГОСТ 3118.

Б.4 Процедура приготовления

Б.4.1 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

В химический стакан пипетками отбирают 5 см³ дистиллированной воды и 5 см³ соляной кислоты.

Б.4.2 Приготовление раствора А массовой концентрации цинка 1 г/дм³

Взвешивают (100±3) мг цинка, помещают в стакан и растворяют, накрыв стакан часовым стеклом, при медленном нагревании на водяной бане в 7 см³ раствора соляной кислоты (1:1), отобранной цилиндром. Затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в тот же стакан, и упаривают раствор до 3—4 см³. Остаток из стакана количественно переносят, смывая стенки стакана водой, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой не более 1 мес.

Б.4.3 Приготовление АС

Пипеткой отбирают 1 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой.

Б.5 Требования безопасности

Б.5.1 По степени воздействия на организм человека вредные вещества, необходимые для приготовления АС, отнесены к третьему классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

Б.5.2 Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны установлены ГОСТ 12.1.005.

Б.5.3 Операторов инструктируют о мерах предосторожности при работе с соляной кислотой.

Б.6 Требования к квалификации исполнителей

Аттестованный раствор готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

Б.7 Требования к упаковке и маркировке

Аттестованный раствор помещают в колбу с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетку (наносят маркировку) с указанием массовой концентрации ионов цинка, даты и времени приготовления.

Б.8 Условия хранения

АС хранят при температуре (20±5) °С не более 8 ч.

Приложение В (рекомендуемое)

Форма журнала учета экземпляров аттестованных смесей

наименование организации

Наименование АС	Обозначение (наименование) документа на методику приготовления АС	Метрологические характеристики АС		Срок годности	Дата приготовления	Исполнитель
		Аттестованное значение АС	Погрешность аттестованного значения АС при $P = 0,95$			
1	2	3	4	5	6	7

Ключевые слова: аттестованная смесь, стандартный образец, метрологические характеристики, аттестуемая характеристика, аттестованное значение, экземпляр аттестованной смеси, методика приготовления аттестованной смеси

Содержание

- 1 Область применения
- 2 Нормативные ссылки
- 3 Термины, определения и сокращения
- 4 Общие положения
- 5 Порядок разработки аттестованных смесей
- 6 Требования к исходным материалам и процедуре приготовления аттестованных смесей
- 7 Аттестация аттестованных смесей
- 8 Применение аттестованных смесей
- Приложение А (рекомендуемое) Содержание документа на методику приготовления аттестованной смеси
- Приложение Б (рекомендуемое) Пример документа на методику приготовления аттестованной смеси
- Приложение В (рекомендуемое) Форма журнала учета экземпляров аттестованных смесей