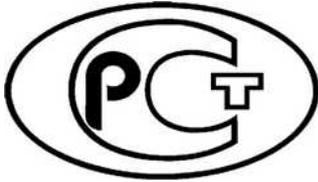

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р

*(проект,
окончательная
редакция)*

**Государственная система обеспечения
единства измерений**

Стандартные образцы состава газовых смесей

**Методы планирования измерений и обработки
результатов измерений при сличениях**

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от _____ 202 г. № _____

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.rst.gov.ru)

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

**Стандартные образцы состава газовых смесей
Методы планирования и обработки результатов измерений при сличениях**

State system for ensuring the uniformity of measurements
Certified reference materials of composition of gas mixtures.
Methods of measurement design and of data evaluation in comparison

Дата введения – 202 – –

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы обработки результатов измерений при сличениях стандартных образцов (СО) газовых смесей (ГС), включая планирование измерений и оценивание неопределенности.

Положения настоящего стандарта могут применяться для обработки результатов измерений при подтверждении калибровочных и измерительных возможностей, испытаниях стандартных образцов, контроле воспроизводимости и стабильности при сопоставлении партий СО, а также проведении межлабораторных сравнительных испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.776-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования

ГОСТ Р 8.824-2013/ ISO Guide 34:2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов

ГОСТ Р 8.976-2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава поверочных газовых смесей. Общие технические условия

Примечание— При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на

официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины в соответствии с [1] .

4 Общие положения

4.1 Сличения могут быть организованы в соответствии с двумя схемами проведения:

- сличение СО ГС с близкими значениями (одинаковым номинальным значением) содержания определяемого компонента с применением газоаналитического прибора в качестве компаратора (схема I);
- сличение результатов измерений идентичных ГС с одним и тем же содержанием определяемого компонента (компонентов) (схема II).

4.2 При реализации схемы I опорные значения содержания определяемого компонента определяют по градуировочной характеристике газоаналитического прибора, которая устанавливается с применением СО ГС более высокого уровня, что обеспечивает метрологическую прослеживаемость опорных значений.

4.2.1 В определенных случаях градуировочная характеристика газоаналитического прибора может устанавливаться с использованием сличаемых ГС. Этот подход может быть использован, когда требуется оценить воспроизводимость или контролировать согласованность результатов измерений.

4.2.2 Схема I может быть реализована, в частности, при испытаниях стандартных образцов, контроле согласованности разных партий СО, проверки компетентности производителей СО. Требования к СО и процедуры их утверждения

установлены в ГОСТ Р 8.776-2011, ГОСТ Р 8.824-2013/ ISO Guide 34:2009, ГОСТ Р 8.976-2019.

4.3. При реализации схемы II опорное значение содержания определяемого компонента устанавливается с использованием более точного метода измерений или сличением с мерами более высокого уровня.

4.3.1 В определенных случаях опорное значение может устанавливаться на основании сличаемых результатов измерений, когда требуется оценить воспроизводимость или согласованность сличаемых результатов измерений.

4.3.2 Схема II может быть реализована, в частности, при контроле согласованности разных партий СО, межлабораторных сравнительных испытаний для проверки квалификации испытательных лабораторий. Требования к компетентности изготовителей стандартных образцов установлены в ГОСТ Р 8.824-2013/ ISO Guide 34:2009.

5 Методы обработки данных при реализации схемы I.

5.1 Для сличаемых ГС указаны приписанные значения содержания компонента, с соответствующими показателями точности. В качестве показателей точности могут быть указаны расширенная неопределенность измерений (коэффициент охвата $k=2$) (или доверительные границы погрешности).

При сличениях требуется подтвердить, что отклонение действительного значения содержания определяемого компонента от приписанного (номинального) находится в пределах допустимого отклонения или подтвердить заявленные неопределенности измерений [2].

5.2 Градуировочная характеристика компаратора определяется по одной или двум эталонным ГС и в дальнейшем используется для установления опорных значений для сличаемых ГС.

5.2.1 При использовании одной эталонной ГС оценку содержания компонента в каждой i -ой сличаемой ГС опорное значение, , находят по формуле

$$- \quad (1)$$

где - значение содержания определяемого компонента в эталонной ГС,
- показания газоаналитического прибора при измерении содержания компонента в i -ой сличаемой ГС и эталонной ГС соответственно.

Если в условиях повторяемости обрабатывают показания прибора, то в

формулу (1) подставляют средние значения показаний

$$- \quad (2.1)$$

$$- \quad , \quad (2.2)$$

где - количество повторных измерений в условиях повторяемости измерений для каждой сличаемой i -ой ГС, $j=1, \dots, n$,

- j -ое показание газоаналитического прибора при измерении содержания компонента в i -ой сличаемой ГС и эталонной ГС соответственно.

Стандартная неопределенность опорного значения для i -ой сличаемой ГС, рассчитывается по формуле

$$\frac{\quad}{\quad}, \quad (3)$$

где - стандартная неопределенность эталонной ГС;

S_{rel} - СКО случайной относительной погрешности газоаналитического прибора (СКО повторяемости).

Если в условиях повторяемости обрабатывают повторные результаты измерения содержания определяемого компонента в сличаемой ГС, то опорное значение для i -ой сличаемой ГС получают по формуле

$$- \quad (4)$$

где

$$- \quad (5)$$

Соответствующую стандартную неопределенность вычисляют по формуле

$$\frac{\quad}{\quad} \quad (6)$$

$$\frac{\quad}{\quad} \quad (7)$$

5.2.2 При использовании двух эталонных ГС оценку содержания компонента в сличаемой ГС опорное значение находят по формуле

$$\frac{\quad}{\quad}, \quad (8)$$

где , , значения содержания компонента в эталонных ГС и показания газоаналитического прибора соответственно,

- показание газоаналитического прибора при измерении содержания компонента в i -ой сличаемой ГС.

Если в условиях повторяемости обрабатывают повторные показания прибора, то в формулу (8) подставляют средние значения показаний

$$- \quad , \quad (9.1)$$

$$- \quad , \quad (9.2)$$

$$- \quad (9.3)$$

где x_{ij} - j -ые показания газоаналитического прибора при измерении содержания компонента в i -ом сличении ГС и эталонных ГС соответственно.

Стандартная неопределенность опорного значения для i -той сличаемой ГС рассчитывается по формуле:

$$\frac{\sqrt{\sum_{j=1}^n x_{ij}^2}}{n} \quad , \quad (10)$$

где S_{rel} - СКО случайной относительной погрешности газоаналитического прибора (СКО повторяемости);

S_{rel} – стандартная неопределенность эталонных ГС.

Если в условиях повторяемости обрабатывают повторные результаты измерения содержания определяемого компонента в i -ой сличаемой ГС, то опорное значение получают по формуле

$$- \quad , \quad (11)$$

где

$$\frac{\sum_{j=1}^n x_{ij}}{n} \quad . \quad (12)$$

Соответствующую стандартную неопределенность вычисляют по формуле

$$\frac{\sqrt{\sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_{ij})^2}}{n} \quad , \quad (13)$$

где \bar{x}_{ij} - относительное СКО случайной погрешности опорного значения содержания определяемого компонента

$$\frac{\sqrt{\sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_{ij})^2}}{\bar{x}_{ij}} \quad . \quad (14)$$

5.3 Опорное значение содержания определяемого компонента может быть использовано для подтверждения допускаемого отклонения действительного значения от приписанного значения и для подтверждения заявленных неопределенностей.

5.3.1 Для проверки допускаемого отклонения действительного значения от приписанного значения проверяют следующее условие

$$\dots \dots \dots (15)$$

При планировании сличений необходимо обеспечить условие за счет выбора эталонных ГС и числа повторных измерений в условиях повторяемости.

5.3.2 Для подтверждения заявленных неопределенностей измерений используется критерий E_n

$$\dots \dots \dots (16)$$

где E_n - заявленная стандартная неопределенность, соответствующая i -ой ГС;

E_{n0} – стандартная неопределенность опорного значения содержания определяемого компонента.

5.4 В случае, описанном в 4.2.1, опорное значение содержания определяемого компонента в сличаемых ГС, (), определяется по градуировочной характеристике компаратора, установленной с применением сличаемых ГС.

5.4.1 Градуировочную характеристику представляют в виде

$$\dots \dots \dots (17)$$

где

$$\dots \dots \dots (18.1)$$

$$\dots \dots \dots (18.2)$$

$$\dots \dots \dots (18.3)$$

$$\dots \dots \dots (18.4)$$

где x_i - значение содержания компонента в i -ой сличаемой ГС;

N – количество сличаемых ГС, $i=1, \dots, N$;

n – количество повторных измерений в условиях повторяемости измерений для каждой сличаемой i -ой ГС, $j=1, \dots, n$.

5.4.2 Опорное значение для i -той сличаемой ГС вычисляется по формуле

$$\dots \dots \dots (19)$$

5.4.3 В случае, когда значения содержания определяемого компонента представлены с указанием неопределенности E_n , неопределенность опорного значения () вычисляют по формуле

нестабильностью.

6.1.1 Для каждой сличаемой ГС представляют результат измерения содержания определяемого компонента и соответствующую расширенную неопределенность $\{c_i, U_{i,0,95} (k=2)\}$.

6.1.2 Для проверки допускаемого отклонения действительного значения от приписанного значения проверяют следующее условие

$$\dots \dots \dots (25)$$

При планировании сличений необходимо обеспечить условие

Для подтверждения заявленных неопределенностей измерений используется критерий E_n

$$\dots \dots \dots (26)$$

где $u^2(c_i)$ - стандартная неопределенность, соответствующая i -ому результату;

$u(c_{ref})$ – стандартная неопределенность опорного значения содержания определяемого компонента.

6.2 В случае, описанном в 4.3.1, опорное значение содержания определяемого компонента в сличаемых ГС c_{ref} может быть оценено на основе приписанных значений с соответствующими неопределённостями измерений, $\{c_i, U_{i,0,95} (k=2)\}$.

6.2.1 Опорное значение содержания определяемого компонента оценивают по формуле (предварительно проверяют согласованность результатов измерений)

$$\dots \dots \dots (27)$$

Соответствующую стандартную неопределенность оценивают по формуле

$$\dots \dots \dots (28)$$

6.2.2 Для проверки допускаемого отклонения действительного значения от приписанного значения проверяют следующее условие

$$\dots \dots \dots (29)$$

При планировании сличений необходимо обеспечить условие

6.2.3 Для подтверждения заявленных неопределенностей измерений используется критерий E_n

$$\dots \dots \dots (30)$$

6.2.4 Если значения содержания определяемого компонента представлены без указания неопределенности, опорное значение и соответствующую неопределенность по типу А вычисляют по формуле

$$\text{---}, \quad (31)$$

$$\text{---}. \quad (32)$$

Для проверки допускаемого отклонения действительного значения от приписанного значения проверяют следующее условие

$$\text{.} \quad (33)$$

При планировании сличений необходимо обеспечить условие за счет выбора количества сличаемых ГС.

Библиография

- | | |
|---|--|
| [1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29-2013 | Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения |
| [2] ISO 6143:2021 | Gas analysis – Comparison Methods for Determining and Checking the Composition of Calibration Gas Mixtures |

УДК 543.27 (083.744)

ОКС 17.020

Ключевые слова: стандартные образцы состава газовых смесей, сличения, неопределенность измерения, планирование сличений, подтверждение заявленных неопределенностей

Руководитель организации – разработчика

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» _____

А.Н. Пронин

Руководитель разработки:

Руководитель отдела 202,

Руководитель лаборатории 2022

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» _____

А.Г. Чуновкина