ГОСТ 8.531

(Проект, RU, первая редакция)

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ МОНОЛИТНЫХ И ДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Способы оценивания однородности

Обзор документа

ВНИИМ
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт Метрологии им.Д.И.Менделеева

Докладчик – Студенок В.В.

Актуальность и необходимость пересмотра ГОСТ 8.531-2002

- не изложены статистические модели, на которых базируется оценка стандартного отклонения от неоднородности;

- в случае, когда стандартная неопределенность от неоднородности сравнима со стандартной неопределённостью измерений типа А, алгоритмы ГОСТ 8.531 отличаются от международного стандарта ISO Guide 35;

- для оценки однородности монолитных материалов приведён лишь частный алгоритм обработки данных для числа аналитических поверхностей и числа повторных измерений, равных 2;

- область применения ограничена только для стандартных образцов состава, хотя общие алгоритмы могут быть справедливы и для стандартных образцов свойств.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стандартные образцы (СО) состава **и свойств** монолитных, дисперсных и **жидких веществ (материалов)** и устанавливает порядок проведения экспериментальных исследований и алгоритм обработки результатов при оценивании характеристики однородности СО.

Примечание — Далее под составом понимают величины, характеризующие содержание определенных компонентов в веществе (химических элементов, их изотопов, соединений химических элементов, структурных составляющих и т.п.), под свойством понимают величину, характеризующую физические, химические, биологические и другие свойства вещества.

4 Общие требования к методу и погрешности измерений

4.1 Оценивание характеристики однородности является важным требованием для СО и включает в себя как **внутри - так и межэкземплярную однородность**. Межэкземплярная однородность важна для обеспечения тождественности значений аттестуемой характеристики для каждого экземпляра СО; внутриэкземплярная однородность СО важна в случае возможности отбора от экземпляра СО выборочной пробы для проведения измерений при применении СО в соответствии с назначением.

4.2 Для проведения исследования однородности из партии СО выбирается несколько экземпляров. Отбор экземпляров СО для исследования однородности, как правило, осуществляется методами простого случайного, стратифицированного или систематического отбора. Характеристику однородности СО оценивают способом, основанным на многократных измерениях значения аттестуемой характеристики в нескольких экземплярах, отобранных случайным образом от всей партии СО.

Минимальное количество отбираемых экземпляров определяют по формуле

$$l_{min} = \max\left(10; \sqrt[3]{N_П}\right)$$

где $N_П$ – количество произведенных экземпляров СО в партии.

Примечание — Как правило нецелесообразно исследовать более 30 экземпляров СО.

Примечание - Если размер партии составляет менее 100 экземпляров, однородность следует оценивать на основе трех и более случайно отобранных из партии экземпляров (или 10% от объема партии). Количество повторных измерений должно быть настолько высоким, насколько это практически осуществимо

Оценивание характеристики однородности по компонентам-индикаторам

4.3 Характеристику однородности оценивают, как правило, для всех значений каждой из аттестуемых характеристик. **В обоснованных случаях допускается оценивать характеристику однородности материала СО путем изучения меньшего числа выбранных аттестуемых характеристик**. В этом случае для аттестуемых характеристик, однородность материала СО относительно которых не была оценена, принимается наибольшая относительная характеристика однородности, которая оценена для выбранных аттестуемых характеристик.

4.4 Для экспериментального исследования однородности используют методики (методы) измерений с известным стандартным отклонением промежуточной прецизионности или повторяемости. Систематическая составляющая погрешности должна оставаться постоянной или изменяться за время проведения измерений пренебрежимо мало по отношению к случайной погрешности измерений.

Стандартное отклонение $S_{МВИ}$, промежуточной прецизионности или повторяемости методики измерений, применяемой при оценивании однородности, должно удовлетворять условию



$$\frac{S_{МВИ}}{\sqrt{n}} \leq \frac{u_{доп}}{3}$$

Где: $S_{МВИ}$- стандартное отклонение, промежуточной прецизионности или повторяемости применяемой методики измерений;

n - число повторных измерений аттестуемой характеристики;

$u_{доп}$ - допускаемая (целевая) стандартная неопределенность аттестованного значения СО.

Если требование к прецизионности не может быть выполнено на практике, например, когда экземпляры СО не позволяют проводить большое количество повторных измерений, следует рассмотреть возможность увеличения количества экземпляров СО

5 Оценивание однородности дисперсных и жидких материалов

5.1 Для исследования однородности от всей партии СО отбирают *I* экземпляров. Отбор экземпляров проводят после приготовления и фасовки материала СО. Масса каждого экземпляра СО должна быть достаточной для проведения *J* повторных измерений аттестуемой характеристики в выборочных пробах масса каждой из которых – *m*.

Примечание — Далее в настоящем стандарте под дисперсными материалами понимаются материалы сыпучие.

Все результаты измерений заносят в таблицу, приведенную в приложении А.

Статистическая модель результатов измерений при исследовании однородности имеет вид

$$x_{ij} = x + b_i + e_{ij},\ \ i = \overline{1,I},\ \ j = \overline{1,J}$$

где x - среднее значение аттестуемой характеристики в материале СО;

b_i- отклонение содержания от среднего значения в *i*-ом экземпляре СО;

e_{ij}- случайная погрешность измерения содержания в *i*-ом экземпляре СО при *j*-ом повторном измерении.

6 Оценивание однородности монолитных материалов

6.1 Оценивание характеристики однородности СО монолитных материалов проводят после отработки технологии получения материала СО, исключающей регулярные изменения значений аттестуемой характеристики СО, и после разделения СО на экземпляры.

Примечание — Ввиду сложностей установления массы наименьшей представительной пробы монолитных материалов, анализ их однородности необходимо проводить тем же методом, для которого предполагается применять СО.

6.2 Для исследования однородности СО случайным образом отбирается I экземпляров. Путём разрезания каждого отобранного экземпляра СО в случайных местах по длине (высоте) подготавливают $J \geq 2$ аналитических поверхностей. На каждой j-ой аналитической поверхности i-ого экземпляра проводят $N \geq 2$ повторных измерений аттестуемой характеристики СО.

Примечание - новую аналитическую поверхность допускается готовить с помощью фрезерования или шлифования поверхности образца, при условии полного удаления следов ране проведенных измерений.

Статистическая модель результатов измерений при исследовании однородности имеет вид

$$x_{ijn} = x + b_i + w_{ij} + e_{ijn} i = \overline{1, I}, j = \overline{1, J}, n = \overline{1, N}$$

где x - среднее содержание аттестуемого компонента в материале СО;

b_i - отклонение среднего содержания аттестуемого компонента в *i*-ом отобранном экземпляре СО от среднего значения в материале СО;

w_{ij}- отклонение содержания аттестуемого компонента на *j*-ой аналитической поверхности от среднего значения в *i*-ом экземпляре СО;

e_{ijn} - случайная погрешность n-ого повторного измерения содержания аттестуемого компонента на *j*-ой аналитической поверхности в *i*-ом экземпляре СО.

Примечание - Описанный подход может быть применен также при исследовании однородности дисперсных материалов в случае необходимости исследования внутриэкземплярной неоднородности

7 Выбросы в данных исследования однородности

При обработке результатов измерений, полученных в ходе исследования однородности материала СО, возможно наличие случайных выбросов, обусловленных наличием посторонних включений, дефектами аналитической поверхности, а также другими факторами технического или процедурного характера.

Исключение выбросов из совокупности экспериментальных данных на основе применения исключительно статистических критериев не допускается до проведения анализа и установления объективных технических причин их возникновения.

Алгоритмы обработки результатов измерений при исследовании однородности СО дисперсных и монолитных материалов с учетом наличия выбросов приведены в приложениях Д и Е.

- **Приложение А (справочное)** Форма представления результатов измерений при оценивании однородности дисперсных материалов

- **Приложение Б (справочное)** Примеры оценивания однородности дисперсного материала

- **Приложение В (справочное)** Форма представления результатов измерений при оценивании однородности монолитных материалов

- **Приложение Г (справочное)** Пример оценивания однородности монолитного материала

- **Приложение Д (справочное)** Оценивание однородности дисперсных материалов в случае неравного числа повторных измерений в пробах

- **Приложение Е (справочное)** Оценивание однородности монолитных материалов в случае неравных чисел аналитических поверхностей и повторных измерений в пробах

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ