Изменение №1 РСТ Уз 8.019-99 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Порядок проведения внутреннего, внешнего и арбитражного контроля результатов количественных химических анализов продукции, содержащей драгоценные металлы

Утверждено и введено в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации от 12.02.2004 № 05/03

Дата введения 16.02.2004.

Снять ограничение срока действия.

По всему тексту стандарта обозначение «РСТ Уз 8.019-99» заменить на «O'z DSt 8.019:1999»

По тексту стандарта словосочетание «Узбекский государственный центр стандартизации, метрологии и сертификации при Кабинете Министров Республики Узбекистан» заменить на «Узбекское агентство стандартизации, метрологии и сертификации» и «Узбекский институт исследований и подготовки кадров в области стандартизации, метрологии, сертификации и управления качеством продукции» заменить на «Научно-исследовательский институт стандартизации, метрологии и сертификации».

По тексту стандарта наименования «Узгосстандарт» и «УзИИПК» заменить соответственно на «Агентство Узстандарт» и «НИИСМС».

По тексту стандарта словосочетания «Комитет драгоценных металлов и драгоценных камней при Минине Республики Узбекистан» и «Государственная пробирная палата Республики Узбекистан» заменить соответственно на «Агентство по драгоценным металлам при ЦБ РУз» и «Государственная пробирная палата Агентства по драгоценным металлам при ЦБ РУз».

По тексту стандарта наименование «Комдрагмет» заменить на «Агентство по драгметаллам».

По тексту стандарта следующие обозначения:

РСТ Уз 5.3, РСТ Уз 8.002, РСТ Уз 8.010, РСТ Уз 8.016 заменить соответственно на:

O'z DSt 16.4, O'z DSt 8.002, O'z DSt 8.010.1, O'z DSt 8.016.

Раздел 2, нормативные ссылки, абзацы 4,5,6,7 заменить на:

O'z DSt 16.4:2001 (ISO/IEC 17025) Система аккредитации Республики Узбекистан. Общие требования к испытательным, измерительным лабораториям и порядок их аккредитации.

O'z DSt 8.002:2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрологический контроль и надзор. Основные положения.

O'z DSt 8.010.1:2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрология. Термины и определения. Часть 1. Основные и общие термины.

O'z DSt 8.016:2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Методики выполнения измерений. Основные положения».

883/01
16 02 4

Изменение №1 РСТ Уз 8.019-99

Директор
канд. техн. наук — Р.Р. Джаббаров

Зав. НИО метрологии
канд. техн. наук, — А.Б. Садыков

Зав. сектор стандартных
образцов — П.Г. Авакян

Инженер НИО метрологии — Г.А. Газиев

Нормоконтролер — А.В. Мазина

РСТ Уз 8.019-99

СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений
Республики Узбекистан

ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ВНУТРЕННЕГО, ВНЕШНЕГО И АРБИТРАЖНОГО КОНТРОЛЯ РЕЗУЛЬТАТОВ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ ПРОДУКЦИИ СОДЕРЖАЩЕЙ ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ

Издание официальное

Узбекский государственный центр стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент

РСТ Уз 8.019-99

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Узбекским институтом исследований и подготовки кадров в области стандартизации, метрологии, сертификации и управления качеством продукции (УзИИПК)

2 ВНЕСЁН Государственной Пробирной Палатой Республики Узбекистан

3 СОГЛАСОВАН Комитетом драгоценных металлов и драгоценных камней при Минфине Республики Узбекистан (Комдрагмет), Навоийским горно-металлургическим комбинатом, Алмалыкским горно-металлургическим комбинатом, ассоциацией "Узалмаззолото"

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Узбекского государственного центра стандартизации, метрологии и сертификации при Кабинете Министров Республики Узбекистан (Узгосстандарт) от 21.01.99 № 12-193

5 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Узбекистан "О метрологии"

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Узгосстандарта

Содержание

1 Область применения		1
2 Нормативные ссылки		2
3 Определения		2
4 Общие положения		3
5 Организация и порядок проведения внутреннего контроля		4
6 Организация и порядок проведения внешнего контроля		7
7 Организация и проведение арбитражного контроля		11
Приложение А	Форма первого и последующих листов журнала регистрации контрольных проб и результатов контроля	13
Приложение Б	Таблица случайных чисел	14
Приложение В	Пример проведения внутрилабораторного контроля	16
Приложение Г	Значение t-распределения (критерий Стьюдента) для уровня значимости 0,05 и 0,01; число степеней свободы f=n-1	18
Приложение Д	Пример оценки значимости расхождений результатов анализов, полученных в контролируемой и контролирующей лабораториях	19
Приложение Е	Библиография	21

РСТ Уз 8.019-99

СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Ўзбекистон Республикасининг
Ўлчашлар бирлигини таъминлаш давлат тизими
ТАРКИБИДА ҚИММАТБАҲО МЕТАЛЛАР БЎЛГАН МАҲСУЛОТНИНГ МИҚДОРИЙ
КИМЁВИЙ АНАЛИЗ НАТИЖАЛАРИНИ ИЧКИ, ТАШҚИ ВА АРБИТРАЖ
ТЕКШИРИШЛАРИНИ ЎТКАЗИШ ТАРТИБИ

Государственная система обеспечения единства измерений
Республики Узбекистан
ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ВНУТРЕННЕГО, ВНЕШНЕГО И АРБИТРАЖНОГО
КОНТРОЛЯ РЕЗУЛЬТАТОВ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ
ПРОДУКЦИИ, СОДЕРЖАЩЕЙ ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ

Republic's of Uzbekistan
state system for ensuring the uniformity of measurements
PROCEDURE OF INTERNEL, EXTERNEL AND ARBITERY INSPECTION
FOR RESULTS OF QUANTITY CHEMICAL ANALYSIS OF PRODUCTS,
CONTAINING PRECIOUS METALS

Дата введения 99.02.01
2004.02.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к организации и порядку проведения внутреннего, внешнего и арбитражного контроля результатов количественных химических анализов и распространяется на лаборатории, выполняющие количественный химический анализ проб готовой продукции, сырья, вспомогательных материалов, полуфабрикатов, отходов производства (далее - продукции), содержащих драгоценные металлы.

Издание официальное

УЗДАВСТАНДАРТИНГ
рўйхатга олиш китобига
«21» 01 1999йил
№ 883
да қайд қилинган.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 18242-72 Статистический приемочный контроль по альтернативному признаку. Планы контроля

ГОСТ 22864-83 Благородные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

РСТ Уз 5.3-92 Национальная система сертификации Республики Узбекистан. Аккредитация испытательных лабораторий (центров). Основные положения

РСТ Уз 8.002-92 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрологический контроль и надзор. Основные положения

РСТ Уз 8.010-93 Ўзбекистон Республикасининг ўлчашлар бирлигини таъминлаш давлат тизими. Метрология. Атамалар ва таърифлар

РСТ Уз 8.016-95 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Требования к аттестации, утверждению и регистрации методик выполнения измерений.

РСТ Уз 621-94 Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения

РСТ Уз 766-96 Статистические методы управления качеством продукции. Основные термины и определения

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Внутренний контроль - проверка показателей точности результатов химических анализов проб внутри лаборатории с целью оценки качества работы отдельных исполнителей и лаборатории в целом.

3.2 Внешний контроль - проверка показателей точности результатов химических анализов проб в лаборатории другого предприятия (организации) с целью достижения единства измерений, своевременного выявления и устранения систематических расхождений в результатах анализов, выполненных в различных лабораториях.

УЗДАВСТАНДАРТ
Республика
стандарт нусхаси бўлими

3.3 Арбитражный контроль – проверка показателей точности результатов химических анализов независимой лабораторией с целью разрешения разногласий между лабораториями по результатам химического анализа одних и тех же проб.

3.4 Проба – часть партии материала, объекта химического анализа или анализируемого вещества, подготовленная для анализа.

3.5 Навеска – часть пробы, используемая при выполнении единичного определения при проведении химического анализа.

3.6 Количественный химический анализ (КХА) пробы вещества – экспериментальное определение содержания (массовой или объемной доли, молярной концентрации и т.д.) одного или ряда компонентов вещества в пробе физическими, физико-химическими или другими методами.

3.7 Остальные термины, используемые в настоящем стандарте, по РСТ Уз 621, РСТ Уз 766, РСТ Уз 8.010, РСТ Уз 8.016.

4 Общие положения

4.1 Внутренний и внешний контроль результатов КХА являются неотъемлемой частью системы качества работы аналитической лаборатории и входят в систему метрологического контроля согласно РСТ Уз 8.002.

4.2 Внутренний и внешний контроль предназначены для оценки качества результатов КХА.

4.3 Арбитражный контроль предназначен для решения спорных вопросов между лабораториями относительно результатов КХА одних и тех же проб.

4.4 Проверка показателей точности при внутреннем контроле включает в себя проверку воспроизводимости результатов КХА, а также периодическую проверку правильности результатов КХА, регламентируемую методикой выполнения измерений.

4.4.1 Проверку воспроизводимости осуществляют сопоставлением расхождений результатов первичного и контрольного анализов с величиной, нормируемой в методике выполнения измерений.

4.4.2 Периодическую проверку правильности результатов проводят в соответствии с требованиями используемых методик выполнения измерений, или в соответствии с ГОСТ 22864.

УЗГОССТАНДАРТ
Экземпляр
стандартизации и метрологии

4.5 Проверка показателей точности при внешнем контроле включает в себя проверку воспроизводимости результатов КХА, а также оценки значимости систематических расхождений для контролируемой партии проб в целом.

4.5.1 Проверку воспроизводимости осуществляют сопоставлением расхождений результатов анализов, полученных в контролируемой и контролирующей лабораториях, с величиной, нормированной методикой выполнения измерений.

4.5.2 Оценку значимости систематических расхождений для контролируемой партии проб в целом осуществляют в соответствии с 6.13, 6.14 и 6.15 настоящего стандарта.

4.6 Внутренний контроль осуществляется руководством лаборатории или предприятия, в состав которого входит лаборатория.

4.7 Внешний контроль осуществляется Центральной лабораторией Государственной Пробирной Палаты либо лабораториями, уполномоченными на то Комитетом драгоценных металлов и драгоценных камней при Минфине Республики Узбекистан (далее Комдрагмет) и аттестованными в соответствии с [1] или аккредитованными в соответствии с РСТ Уз 5.3.

4.8 Арбитражный контроль осуществляется Центральной лабораторией Государственной Пробирной Палаты.

Примечание – В случае необходимости Центральная лаборатория Государственной Пробирной Палаты может привлекать к участию в арбитражном контроле другие компетентные лаборатории, аттестованные в соответствии с [1] или аккредитованные в соответствии с РСТ Уз 5.3.

5 Организация и порядок проведения внутреннего контроля

5.1 Внутренний контроль организуется руководителем лаборатории и является обязательным для всех исполнителей анализов.

5.2 Перечень проб (материалов), результаты анализа которых подлежат внутреннему контролю, устанавливает руководитель лаборатории или предприятий, в состав которого входит лаборатория.

5.3 Периодичность внутреннего контроля по каждой методике выполнения измерений устанавливается руководителем лаборатории.

5.4 Внутренний контроль осуществляется путем повторного ана-

Копия верна
Стандартлаб

лиза части (контрольной выборки) проб, поступивших на анализ, а так же путем анализа зашифрованных проб с известным содержанием определенных компонентов или стандартных образцов состава.

5.5 При проведении внутреннего контроля используют одноступенчатый корректируемый план статистического контроля по альтернативному признаку по ГОСТ 18242.

Альтернативным признаком является удовлетворение или неудовлетворение установленного в методике выполнения измерений допускаемого расхождения между двумя результатами химического анализа одной и той же пробы.

5.6 Параметрами одноступенчатого плана выборочного статистического контроля по альтернативному признаку является объем контрольной выборки n (число сдаваемых на повторный анализ проб из партии N проб, проанализированных на содержание данного компонента) и приемочное число (допускаемое число расхождений). Объем контрольной выборки n и приемочные числа C и C_1 (C – для нормального контроля; C_1 – для усиленного контроля) при числе проб N находят по таблице 1 для приемочных уровней показателя качества P_α, равных 6,5%, 4,0% и 2,5%.

Примечания

1 Основным приемочным уровнем P_α является 6,5%. Уровни 4,0% и 2,5% устанавливаются при значительных объемах проб для особо ответственных измерений, например арбитражных.

2 Приемочные уровни P_α устанавливаются руководством лаборатории

5.7 Для выполнения внутреннего контроля от партии N проб отбирают контрольную выборку n проб, представляющую контролируемую партию по всему диапазону содержаний определяемого и мешающих элементов. Каждую контрольную пробу отбирают из той же аналитической пробы, из которой взяты навески для первичного анализа.

5.8 Пробы контрольной выборки регистрируют в отдельном журнале (приложение А) и шифруют.

5.9 Внутренний контроль выполняется следующим образом: из общего числа проб N, для которых получены результаты КА при текущей аналитической работе за проверяемый период времени и расположенных в ряд по возрастанию порядковых номеров проб, случайным образом – с помощью таблицы случайных чисел (приложение Б) формируют представительную контрольную выборку объемом n. Объём выбор-

Стандартлаштириш

ки определяют по таблице 1, при этом, если в столбце приёмочных чисел стоит значение приёмочного числа с указанием из какого числа проб оно допустимо, то величину n выбирают не по столбцу значений n, а по указанному в столбце приёмочного числа.

Таблица 1 – Приемочные числа и необходимые объемы контрольных выборок при различном числе проанализированных проб и приемочных уровнях показателя качества.

N	n	P_α = 6,5%		P_α = 4,0%		P_α = 2,5%	
		C	C_1	C	C_1	C	C_1
2-8	2	0	0 из 3	0 из 3	0 из 5	0 из 5	0 из 8
9-15	3	0 из 2	0	0	0 из 5	0 из 5	0 из 8
16-25	5	1 из 8	1 из 13	0 из 3	0	0	0 из 8
26-50	8	1	1 из 13	1 из 5	1 из 20	0 из 5	0
51-90	13	2	1	1	1 из 20	1 из 20	1 из 32
91-150	20	3	2	2	1	1	1 из 32
151-280	32	5	3	3	2	2	1
281-500	50	7	5	5	3	3	2
501-1200	80	10	8	7	5	5	3
1201-3200	125	14	12	10	8	7	5

Каждую из проб этой выборки сдают на повторный анализ. Передачу проб на повторный анализ так же планируют случайным образом с целью вскрытия всех изменений, которые имели место при проведении анализов производственных проб: случайным образом варьируют время выполнения повторного анализа, исполнителей, используемую аппаратуру и реактивы, но при этом всегда выполняют повторный анализ по той же методике, что и предыдущий. Полученный результат повторного анализа сопоставляют с результатами первичного анализа, подсчитывают число проб, для которых расхождения между первичным и повторным результатами анализа превышает допускаемые, установленные в документе на методику выполнения измерений, и сопоставляют это число с приемочным числом, приведенным в таблице 1.

УЗДАВСТАНДАРТ
Республика
стандартлаштириш бўлими

Если число проб, для которых расхождения между первичным и повторным результатами анализа превышают допускаемые, равно приемочному числу С (нормальный контроль) или меньше его, все результаты анализа за проверяемый период времени считают удовлетворяющими требованиям по воспроизводимости, т.е. воспроизводимость не хуже допускаемой, заданной методикой выполнения измерений.

В случае, когда число расхождений, больших допускаемых, превышает число С в двух партиях из пяти, переходят от нормального контроля к усиленному, формируют новую выборку контрольных проб и проводят повторний анализ. Результаты анализа за проверяемый период времени считают годними, если число расхождений, больших допускаемых, не превышает приемочное число С1 (усиленный контроль). Критерий усиленного контроля сохраняется в течение времени, установленного руководством лаборатории или предприятия, в состав которого входит лаборатория. Если за это время воспроизводимость будет удовлетворять критерию усиленного контроля, переходят к критерию нормального контроля.

5.10 Партия со стопроцентным внутренним контролем считается годной, если число проб, для которых расхождение результатов более допускаемых, не превышает величины Р . В противном случае все недопустимо расходящиеся результаты подлежат уточнению с выяснением причин повышенного числа расхождений. Причина отклонений, превышающих удвоенную величину допуска, подлежат выяснению во всех случаях.

5.11 Результаты внутреннего контроля регистрируют в журнале (приложение А).

5.12 Результаты внутреннего контроля используют для разработки мероприятий по повышении точности результатов измерений, уточнения метрологических характеристик используемых методик выполнения измерений, оценки качества работы исполнителей и лабораторий в целом.

5.13 Пример проведения внутреннего контроля приведён в приложении Б.

6 Организация и порядок проведения внешнего контроля

6.1 Внешний контроль организует Государственная Пробирная Па-

ЭЛЕКТРОННЫЙ АРХИВ
Республиканского стандартного предприятия «Узкимёсаноат»

лата, как орган, осуществляющий государственный надзор и контроль за соблюдением правил обращения в Узбекистане драгоценных металлов.

Примечание – Внешний контроль в рамках инспекционного контроля может быть организован органами, осуществляющими аккредитацию лабораторий в соответствии с РСТ Уз 5.3 или их аттестацию в соответствии с [1].

6.2 Перечень проб (материалов), результаты КХА которых подлежат внешнему контролю, устанавливается Узгосстандартом по представлению Комдрагметра. При этом обязательному контролю подлежат пробы, результаты анализа которых используются в сфере государственного метрологического надзора и контроля.

6.3 Внешний контроль проводится путем повторного анализа в контролирующей лаборатории дубликатов тех аналитических проб, которые подвергались первичному анализу и прошли внутренний контроль, т.е. имеющие два результата измерений.

6.4 Количество проб, подвергаемых внешнему контролю, определяется Государственной Пробирной Палатой по согласованию с контролируемой лабораторией и составляет до 5 % объёма анализов проб, содержащих драгоценные металлы. Минимальная партия должна содержать не менее 9 проб по каждому установленному интервалу содержаний определяемого компонента при приемочном уровне показателя качества контролируемой лаборатории P_{α} = 6,5%, 16 проб при P_{α} = 4,0% и 26 проб при P_{α} = 2,5%.

6.5 Лаборатории, постоянно выполняющие значительные количества измерений одних и тех же компонентов в определенных объектах, направляют на внешний контроль партии проб ежеквартально. Если анализы не носят массового характера, допускается направлять пробы по мере их накопления.

Примечание – По соглашению между контролирующей и контролируемой лабораториями допускается применять иной график предоставления проб.

6.6 Партии проб, направляемых на внешний контроль, формируются соответствующей службой предприятия (организации). При формировании партии проб они классифицируются по интервалам содержаний анализируемого элемента. В один интервал могут быть включены пробы, различающиеся по содержаниям не более чем в три раза.

6.7 Масса пробы, направляемой на внешний контроль, должна быть согласована с контролирующей лабораторией и, как правило, в 7-10 раз превышать массу, необходимую для однократного измерения содержания контролируемого компонента.

Пробы должны быть упакованы таким образом, чтобы обеспечивать их сохранность. На упаковке проставляется номер пробы, наименование лаборатории, направившей пробу, и дата отправки.

6.8 Одновременно с пробами контролируемая лаборатория отправляет в контролирующую лабораторию письмо-заказ, а также сопроводительную ведомость, в которой дается краткая характеристика проб, их лабораторные номера, масса каждой пробы, измеряемые параметры, результаты основного и контрольного анализа, а также полное наименование методики выполнения измерений и ссылка на нормативный документ, ее регламентирующий.

6.9 Контрольные анализы выполняются по тем же либо более точным методикам выполнения измерений, что и основные анализы.

6.10 Контрольные анализы выполняют со стопроцентным внутрилабораторным контролем.

6.11 Внешний контроль контролирующая лаборатория обязана выполнить в срок, не превышающий трех месяцев со дня поступления проб и сопроводительных документов.

6.12 Контрольные пробы и результаты их анализа регистрируются в журнале как контролирующей, так и контролируемой лабораториями (приложение А).

6.13 Если результаты анализов, полученные в контролирующей лаборатории, признаны удовлетворительными, их сопоставляют с результатами контролируемой лаборатории, вычисляют расхождения между ними и сравнивают с допускаемыми расхождениями, указанными в документе на методику выполнения измерений. Для этого в каждом интервале содержаний компонента для каждой пары результатов контролируемой и контролирующей лаборатории вычисляют средние арифметические значения X_1 и X_2 по формулам (6.1) и (6.2)

$$X_1 = (X_{1o} + X_{1к})/2 \qquad (6.1)$$

$$X_2 = (X_{2o} + X_{2к})/2 , \qquad (6.2)$$

УЗДАВСТАНДАРТ
Изъято
стандарт ... издания

где X_1 и X_2 - средние арифметические результаты измерений соответственно контролирующей и контролируемой лаборатории;

$X_{1с}$ и $X_{2с}$- результаты первичных измерений в контролирующей и контролируемой лабораториях соответственно;

$X_{1к}$ и $X_{2к}$- результаты контрольных (внутрилабораторных) измерений в контролирующей и контролируемой лабораториях соответственно.

Среднее арифметическое значение расхождений $\vec{R}$ для каждого интервала вычисляют по формуле (6.3)

$$\vec{R} = \sum_{i=1}^{m} (X_1 - X_2)_i / m , \qquad (6.3)$$

где m - число проб.

$$R_i = X_{1i} - X_{2i} \qquad (6.4)$$

В качестве оценки значимости систематических расхождений между результатами анализа контролирующей и контролируемой лабораторий используют критерий Стьюдента t в соответствии с формулой (6.5):

$$t \geq \frac{|\vec{R}| \sqrt{m}}{S} , \qquad (6.5)$$

где S - выборочное стандартное отклонение расхождений, рассчитываемое по формуле (6.6):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} (\vec{R} - R_i)^2}{m - 1}} \qquad (6.6)$$

Значение критерия Стьюдента определяется по таблице (приложение Г) при числе степеней свободы $f=m-1$.

6.14 Если результаты измерений не удовлетворяют условиям формулы (6.5) контролирующая и контролируемая лаборатории составляют план выявления и устранения причин, вызвавших повышенные расхождения результатов анализов.

ОАО "...NIIGAZ"
Республика
Средняя Азия

6.15 Результаты внешнего контроля направляются в контролируемую лабораторию.

6.16 Расходы по выполнению контрольных измерений несет контролируемая лаборатория.

6.17 Пример оценки значимости расхождений результатов анализов, полученных в контролируемой и контролирующей лабораториях, приведён в приложении Д.

7 Организация и проведение арбитражного контроля

7.1 Арбитражный контроль качества анализов проводится в том случае, если:

- между результатами, полученными в лабораториях поставщика и потребителя продукции, имеет место расхождения, превышающие допустимые нормы;

- между результатами контролируемой и контролирующей лабораторий, имеет место статистически значимое систематическое расхождение, причины которого не удалось установить.

7.2 Арбитражный контроль организуется Государственной Пробирной Палатой и проводится по стандартизованным или аттестованным в соответствии с РСТ Уз 8.016 методикам выполнения измерений, обеспечивающим получение результатов с минимальными погрешностями.

7.3 Срок выполнения арбитражных анализов - не более трёх месяцев со дня поступления проб и сопроводительных документов в арбитражную лабораторию.

7.4 В арбитражную лабораторию представляют:

- дубликаты проб, проанализированные в контролируемой и контролирующей лабораториях либо в лабораториях поставщика и потребителя продукции;

- характеристику каждой пробы, направляемой на арбитражный анализ;

- наименование методики выполнения измерений и ссылка на документ (стандарт, технические условия, аттестат, свидетельство об аттестации), регламентирующий методику.

7.5 Арбитражный анализ выполняется со стопроцентным внутренним контролем по зашифрованным пробам одним или несколькими методами анализа. При наличии стандартных образцов состава, аналогичных

исследуемым пробам, их следует обязательно включать в зашифрованном виде в число проб арбитражного анализа.

Приёмочный показатель качества внутреннего контроля должен быть не выше 4,0 %.

7.6 Результаты анализов арбитражного контроля сравниваются с результатами анализов контролируемой и контролирующей лабораторий либо лабораторий поставщика и потребителя продукции.

Методика выявления систематических расхождений та же, что и при обработке результатов внешнего контроля.

7.7 Данные арбитражного контроля принимаются за истинные, а установленную систематическую погрешность полностью относят к тем результатам анализа, полученным контролируемой или контролирующей лабораторией (лабораторией поставщика или потребителя продукции), которые имеют систематическую погрешность.

7.8 Заключение арбитражной организации вместе с результатами арбитражных анализов направляют контролируемой и контролирующей лабораториям либо лабораториям поставщика и потребителя продукции.

7.9 В случае возникновения разногласий по результатам анализа между контролируемой и контролирующей лабораториями, когда контролирующей лабораторией является Центральная лаборатория Государственной Пробирной Палаты, арбитражная лаборатория назначается Узгосстандартом, по согласованию с Комдрагметом, из числа наиболее квалифицированных лабораторий, аккредитованных в соответствии с РСТ Уз 5.3 или аттестованных в соответствии с [1].

УЗДАВСТАНДАРТ
Республика
[illegible]

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма первого и последующих листов журнала регистрации контрольных проб и результатов контроля

Дата	Номер пробы		Наименование (обозначение)		Результаты анализа		Заключение о годности результатов анализов
	первичной	повторной	продукта	методики анализа	определяемого элемента	первичного	повторного	
1	2	3	4	5	6	7	8	9

Копия верна
Подпись

РСТ Уз 8.019-99

Приложение Б
(справочное)

Таблица случайных чисел

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	10480	15011	01536	02011	81647	91646	69179	14194	62590	36207
2	22368	46573	25595	85393	30995	89198	27982	53402	53402	34095
3	24130	48360	22527	97265	76393	64809	15179	24830	49340	32081
4	42167	93093	06243	61680	07856	16376	39440	53537	71341	57004
5	37570	39975	81837	16656	06121	91782	60468	81305	49684	60672
6	77921	06907	11008	42751	27756	53498	18602	70659	90655	15053
7	99562	72905	56420	69994	98872	31016	71194	18738	44013	48840
8	96301	91977	05463	07972	18876	20922	94595	56869	69014	60045
9	89579	14342	63661	10281	17453	18103	57740	84378	25331	12566
10	85475	36857	53342	53988	53060	59533	38867	62300	08158	17983
11	28918	69578	88231	33276	70997	79936	56865	05859	90106	31595
12	63553	40961	48235	03427	49626	69445	18663	72695	52180	20847
13	09429	93969	52636	92737	88974	33488	36320	17617	30015	08272
14	10365	61129	87529	85689	48237	52267	67689	93394	01511	26358
15	07119	97336	71048	08178	77233	13916	47564	81056	97735	58977
16	51085	12765	51821	51259	77452	16308	60756	92144	49442	53900
17	02368	21382	52404	60268	89368	19885	55322	44819	01188	62555
18	01011	54092	33362	94904	31273	04146	18594	29852	71585	85030
19	52162	53916	46369	58586	23216	14513	83149	98736	23495	64350
20	07056	97628	33787	09998	42698	06691	76988	13602	51851	46104
21	48663	91245	85828	14346	09172	30168	90229	04734	59193	22178
22	54164	58492	22421	74103	47070	25306	76468	26384	58151	06646
23	32639	32363	05597	24200	13363	38005	94342	28728	35806	06912
24	29334	27001	87637	87308	58731	00256	45834	15398	46557	41135
25	02488	33062	28834	07351	19731	92420	60952	61280	50001	67658
26	81525	72295	04839	96423	24878	82651	66566	14778	76797	14780
27	29676	20591	68086	26432	46901	20849	89768	81536	86645	12659
28	00742	57392	39064	66432	84673	40027	32832	61362	98947	96067
29	05366	04213	25669	26422	44407	44048	37937	63904	45766	66134
30	91921	26418	64117	94305	26766	25940	39972	22209	71500	64568

Продолжение таблицы случайных чисел

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
31	00582	04711	87917	77341	42206	35126	74087	99547	81817	42607
32	00725	69884	62797	56170	86324	88072	76222	36086	84637	93161
33	69011	65795	95876	55293	18988	27354	26575	08625	40801	59920
34	25976	57948	29888	88604	67917	48708	18912	82271	65424	69774
35	09763	83473	73577	12908	30883	18317	28290	35797	05998	41688
36	91567	42595	27958	30134	04024	86385	29880	99730	55536	84855
37	17955	56349	90999	49127	20044	59931	06115	20542	18059	02008
38	46503	18584	18845	49618	02304	51038	20655	58727	28168	15475
39	92157	89634	94824	78171	84610	82834	09922	25417	44137	48413
40	14577	62765	35605	81263	39667	47358	56873	56307	61607	49518
41	98427	07523	33362	64270	01638	92477	66969	98420	04880	45585
42	34914	63976	88720	82765	34476	17032	87589	40836	32427	70002
43	70060	28277	39475	46473	23219	53416	94970	25832	69975	94884
44	53976	54914	06990	67245	68350	82948	11398	42878	80287	88267
45	76072	29515	40980	07391	58745	25774	22987	80059	39911	96189
46	90725	52210	83974	29992	65831	38857	50490	83765	55657	14361
47	64364	67412	33339	31926	14883	24413	59744	92351	97473	89286
48	08962	00358	31662	25388	61642	34072	81249	35648	56891	69352
49	95012	68379	93526	70765	10592	04542	76463	54328	02349	17247
50	15664	10493	20492	38391	91132	21999	59516	81652	27195	48223

Приложение В
(справочное)

Пример проведения внутрилабораторного контроля

В партии, состоящей из 48 проб с порядковыми номерами от 141 до 188, пробирным методом была определена массовая доля золота. Необходимо осуществить контроль качества проведения измерений.

Приёмочный уровень равен 6,5%, контроль – нормальный.

Согласно данным таблицы 1 объём контрольной выборки составляет 8 проб. Пользуясь таблицей случайных чисел, выделяем порядковые номера проб для контрольных анализов. Для этого произвольным образом в таблице случайных чисел выбирается число, например 52267 на пересечении строки 14 со столбцом 6. Поскольку номера проб представлены трёхзначными числом, а в таблице случайных чисел приведены пятизначные следует принять решение, какие из пяти знаков использовать – первые три или три последних. Принимаем решение использовать три последних знака. Затем двигаясь по таблице по строкам, столбцам или диагоналям, определяем искомые номера проб. Выбираем движение по строкам и отбираем подряд 8 трёхзначных чисел, пропуская те из них, которые меньше 141 и больше 188, так как в партии отсутствуют пробы с такими номерами. Если какое-либо число встречается дважды, то второй раз его пропускают. Если в одной строке (столбце) не набирается достаточного количества необходимых чисел, то переходит к следующей строке (столбцу). Итак, начав движение по строкам с числа 52267 находим: 178 (15/4), здесь и далее в числителе номер строки, а в знаменателе – столбца; 144 (16/6); 188 (17/6); 146 (18/6); 162 (19/1); 149 (19/7); 172 (21/5); 168 (21/6). Следовательно контрольную выборку должны составить пробы с номерами 144, 146, 149, 162, 168, 172, 178, 188.

Пробы контрольной выборки зашифровывают и анализируют.

Результаты контроля приведены в таблице В.1

Из таблицы В.1 видно, что в контрольной выборке один анализ забракован. Партия проб тем не менее считается годной, так как согласно критериям, приведённым в таблице 1, партия анализов проб с контрольной выборкой 8 проб принимается с одним браковочным результатом (приёмочное число С = 1).

УЗДАВСТАНДАРТ
Ташкентский
территориальный центр

Таблица В.1 – Результаты контроля

Номера проб		Результаты анализа		Расхождение г/т	Допуск г/т	Заключение
первичной	повторной	Первичного	Повторного			
178	011	0,4	0,6	-0,2	0,3	принят
144	012	2,2	1,8	0,4	1,0	принят
188	013	4,0	4,7	-0,7	1,3	принят
146	014	3,4	3,3	0,1	1,0	принят
162	015	4,6	3,2	1,4	1,3	брак
149	016	5,0	4,2	0,8	1,3	принят
172	018	0,8	0,8	0	0,4	принят
168	019	2,5	2,9	-0,4	1,0	принят

Предположим, что необходимо провести усиленный контроль той же партии 48 проб. Из таблицы 1 видно, что приёмочное число усиленного контроля равно единице, но не из восьми проб, а из 13, т.е. объём выборки равен 13, следовательно для проведения усиленного контроля из партии в 48 проб необходимо случайным образом, как это было показано выше, отобрать 13 проб и из них лишь одна может быть забракована при повторном анализе.

Приложение Г
(справочное)

Значение t-распределения (критерий Стьюдента)
для уровня значимости 0,05 и 0,01
число степеней свободы f=m-1

m	0,05	0,01	m	0,05	0,01
1	12,706	63,657	21	2,080	2,831
2	4,303	9,925	22	2,074	2,819
3	3,182	5,841	23	2,069	2,807
4	2,776	4,604	24	2,064	2,797
5	2,571	4,032	25	2,060	2,787
6	2,447	3,707	26	2,056	2,779
7	2,365	3,499	27	2,052	2,771
8	2,306	3,355	28	2,048	2,763
9	2,262	3,250	29	2,045	2,756
10	2,228	3,169	30	2,042	2,750
11	2,201	3,106	40	2,021	2,704
12	2,179	3,055	60	2,000	2,660
13	2,160	3,012	120	1,980	2,617
14	2,145	2,977	∞	1,960	2,576
15	2,131	2,47			
16	2,120	2,921			
17	2,110	2,898			
18	2,101	2,878			
19	2,093	2,861			
20	2,086	2,845			

Приложение Д
(справочное)

Пример оценки значимости расхождений результатов анализов, полученных в контролируемой и контролирующей лабораториях

Результаты измерений массовой доли золота в пробах, проанализированных в двух лабораториях, представлены в таблице Д.1

Таблица Д.1 - Результаты измерений

Номер пробы	Результаты измерений, г/т		Расхождения г/т
	лаборатория 1	лаборатория 2	
1	1,9	1,6	+0,3
2	1,3	0,9	+0,4
3	1,3	0,8	+0,5
4	0,9	0,5	+0,4
5	1,2	0,9	+0,3
6	0,8	1,4	-0,6
7	2,0	1,4	+0,6
8	3,5	3,0	+0,5
9	2,6	3,0	-0,4
10	2,8	2,5	-0,3
11	3,5	2,8	+0,7

В таблице Д.1 результаты измерений в лабораториях 1 и 2 приведены как среднее арифметическое результатов основного анализа и контрольного при внутрилабораторном контроле.

В результате расчётов получены следующие значения:

$$\bar{R} = \sum_{i=1}^{m} (X_1 - X_2)_i/m = 0,22 ; \qquad d = 2,77$$

УЗДАВСТАНДАРТ
Депозитарий
нормативно-технической документации

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (R - R_1)^2}{n - 1}} = 0,45$$

$$t_{расч} = \frac{|\bar{R}|\sqrt{n}}{S} = 1,62 \qquad t_{табл} = 2,23$$

$t_{табл}$ найдено по таблице приложения Г для числа степеней свободы $f=11-1=10$ и уровня значимости 0,05.

Поскольку условие формулы (6.5) настоящего стандарта выполняется, то систематические расхождения в результатах анализа, выполненного в контролирующей и контролируемой лабораториях, отсутствуют.

Депонированный документ
Ред.
Отпечатано в Госстандарте

Приложение Б
(справочное)

Библиография

1. РД Уз 51-058-95 "ГСИ РУз. Аттестация лабораторий, выполняющих количественный химический анализ. Организация и порядок проведения".

УЗДАВСТАНДАРТ
Республика
...ой библиотеки

РСТ Уз 8.019-99

УДК 658.562:591.2 ОКС 03.120.10 Т80

Ключевые слова: внутренний контроль, внешний контроль, арбитражный контроль, химический анализ, продукция, драгоценные металлы, лаборатория.

Ведомость изданий
Республики
стандартов, образцов, образцов

Директор УзНИИМ,
канд. техн. наук — А.А.Абдувалиев

Зам. директора по НИР,
канд. физ-мат. наук — А.С.Умаров

Зав. НИО метрологии,
канд. техн. наук — А.Б.Садыков

Зав. сектором стандартных
образцов — П.Г.Аракин

Старший научный сотрудник
канд. хим. наук — Л.П.Ким

Старший научный сотрудник — А.В.Мазина

Зав. НИО терминологии
и переводов, канд. техн. наук — А.Е.Каримов

Нормоконтролер — С.Л.Крюкова

РСТ Уз 8.019-99

СОГЛАСОВАНО
Председатель Комитета драгоценных металлов и драгоценных камней при Минфине Республики Узбекистан — Б.М.Дадакузиев

СОГЛАСОВАНО
Директор Навоийского горно-металлургического комбината — Н.И.Кучерский

СОГЛАСОВАНО
Директор Алмалыкского горно-металлургического комбината — В.Н.Сигедин

СОГЛАСОВАНО
Председатель ассоциации «Узалмаззолото» — Ш.Н.Нажимов

УЗБЕКИСТАНДАРТ
Экземпляр
Свободно распространяется