ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)

МЕТОДИКА

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИИ, ПРИГОТОВЛЕННЫХ НА ОСНОВЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ИСХОДНЫХ ВЕЩЕСТВ

МИ 216—80

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1981

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНА Свердловским филиалом Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева (СФ ВНИИМ)

Директор Н. Г. Семенко
Руководитель В. А. Сапожников
Исполнитель Д. П. Налобин

Всесоюзным научно-исследовательским институтом метрологической службы (ВНИИМС)

Директор А. А. Черноярский
Руководитель Г. Н. Воронов
Исполнитель С. Б. Никитина

ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом метрологической службы

Руководитель Г. Н. Воронов
Исполнитель С. Б. Никитина

УТВЕРЖДЕНА Научно-техническим советом СФ ВНИИМ 4 февраля 1980 г. (протокол № 3).

...дательство стандартов, 1981

УДК 543.541

МЕТОДИКА

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИИ, ПРИГОТОВЛЕННЫХ НА ОСНОВЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ИСХОДНЫХ ВЕЩЕСТВ

МИ 216—80

Настоящая методика распространяется на градуировочные смеси, предназначенные для хроматографических приборов, и устанавливает порядок и содержание работ по их метрологической аттестации.

Рекомендации настоящей методики соответствуют общим требованиям нормативных документов (ГОСТ 8.326—78, МИ 137—77) и могут быть использованы также при разработке технических заданий и технологической документации на градуировочные смеси, при аттестации градуировочных смесей, при аттестации методик выполнения хроматографических измерений.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Градуировочные смеси, предназначенные для градуировки хроматографических приборов в соответствии с МИ 137—77, подлежат обязательной метрологической аттестации в соответствии с ГОСТ 8.326—78.

1.2. Градуировочные смеси приготавливают на основе стандартных образцов состава исходных веществ (пестицидов и углеводородов) с применением растворителей квалификации «хроматографически чистый» или «для хроматографии» (например: ацетон по ТУ ИРЕА 25—66, гексан по МРТУ 6-09-6518—70, этилацетат по ТУ 22П-6—68, четыреххлористый углерод по ТУ 22П-8—68), используя для данной цели аттестованные дозирующие устройства.

1.3. Метрологическую аттестацию градуировочных смесей проводят с целью определения их метрологических характеристик и проверки их соответствия требованиям технического задания, разработанного и прошедшего метрологическую экспертизу в соответствии с ГОСТ 8.326—78, а также с целью проверки пригодности

смесей для градуировки хроматографических приборов в соответствии с МИ 137—77.

Метрологическую экспертизу ТЗ и научно-методическое руководство аттестацией осуществляет ВНИИМС.

2. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ И СПОСОБЫ ИХ ЗАДАНИЯ

2.1. Метрологическими характеристиками градуировочных смесей являются значения аттестованных характеристик — значения (одно или несколько) концентраций исходных веществ в смеси и характеристики их погрешностей Δ_i.

2.2. Значения аттестованных характеристик градуировочных смесей выражаются в микролитрах на миллилитр (мкл/мл) либо в микрограммах на миллилитр (мкг/мл). Характеристикой погрешности является полуширина интервала, в котором с 95%-ной доверительной вероятностью находится значение погрешности; характеристика погрешности выражается в тех же единицах, что и аттестованная характеристика.

2.3. Градуировочные смеси должны удовлетворять требованиям стабильности.

Под стабильностью градуировочной смеси понимается постоянство воспроизводимых значений аттестованных характеристик в течении срока действия смеси.

2.4. Требования к метрологическим характеристикам устанавливаются в техническом задании на разработку градуировочной смеси, оформляемом в соответствии с ГОСТ 8.326—78. Требования к характеристикам погрешностей смеси устанавливаются исходя из требуемой точности хроматографических измерений и нормируемых метрологических характеристик хроматографических приборов в соответствии с пп. 4.4.5, 6.2—6.3 МИ 137—77. В тех же случаях, когда установить требования к характеристикам погрешности исходя из МИ 137—77 невозможно, в техническом задании принимают условие

$$\delta_{а.с} \leqslant \frac{1}{3}\delta_{пр}, \qquad (1)$$

где $\delta_{а.с}$ — характеристика относительной погрешности смеси, %,

$$\delta_{а.с} = \frac{\Delta}{A} \cdot 100, \qquad (2)$$

здесь Δ и A — характеристика погрешности и значение аттестованной характеристики соответственно (см. п. 2); $\delta_{пр}$ — установленная предельная суммарная относительная погрешность хроматографического анализа.

3. УСТАНОВЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ

3.1. При приготовлении градуировочных смесей следует предварительно необходимую композицию n исходных веществ, взятых с помощью аттестованных дозаторов в требуемых объемах v_i (мкл) либо массах m_i (мкг), смешать с растворителем, объемом равным примерно половине требуемого. После этого объем смеси следует довести до установленного объема V; мл, в мерной посуде, добавляя растворитель до метки.

3.2. Значение i-й аттестованной характеристики вычисляют по формуле

в мкл/мл: $C_i = \frac{v_i}{V} A_i$; (3)

в мкг/мл: $C_i = \frac{m_i}{V} A_i$;

A_i — значение аттестованной характеристики (содержание основного вещества) СО состава i-го исходного вещества, %, указанное в свидетельстве на СО состава исходного вещества, поделенное на 100 %.

3.3. Характеристику погрешности вычисляют по формуле

$$\Delta_i = 2\sqrt{\frac{v_i \Delta_{A_i}^2}{3V} + \frac{A_i \Delta_{v_i}^2}{3V} + \frac{A_i^2 v_i^2 \Delta_V^2}{3V^4} + \frac{\Delta_{\text{п.о}\,i}^2}{12}}, \quad (4)$$

где Δ_{A_i} — характеристика погрешности СО i-го исходного вещества, %, указанная в свидетельстве на СО и поделенная на 100 %; Δ_V — характеристика погрешности мерной посуды для измерения объема смеси, мл; $\Delta_{\text{п.о}\,i}$ — предел обнаружения для метода, которым растворитель контролируют по техническим условиям (см. п. 1.2), (размерность величины $\Delta_{\text{п.о}\,i}$ следует привести в соответствие с размерностью величины Δ_i).

Примечание. Если исходное вещество отмеряют в микрограммах, в выражение (4) следует подставить вместо v_i и Δ_{V_i} соответственно m_i и Δ_{m_i} в микрограммах.

3.4. Числовые значения величин C_i и Δ_i должны оканчиваться цифрами одного и того же разряда. Числовое значение Δ_i должно содержать не более двух значащих цифр.

4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ

4.1. Результаты исследований в организации, проводившей метрологическую аттестацию, заносят в протокол, оформленный в соответствии с ГОСТ 8.326—78, и направляют во ВНИИМС.

4.2. ВНИИМС оформляет свидетельство о метрологической аттестации градуировочной смеси (см. приложение).

4.3. На основании результатов метрологической аттестации и в соответствии с ГОСТ 8.326—78 ВНИИМС принимается решение о пригодности градуировочной смеси к применению для целей градуировки хроматографических приборов в соответствии с МИ 137—77. Если результаты метрологической аттестации градуировочной смеси не позволяют вынести решение о пригодности смеси, например, при несоответствии установленных основных метрологических характеристик требованиям технического задания, необходимо провести дополнительные исследования. В частности, одним из путей уменьшения характеристик погрешности Δ_t может служить дополнительная проверка растворителя на отсутствие в нем исходных веществ с помощью метода, имеющего меньший предел обнаружения $\Delta_{п.о}$, чем метод, предусмотренный в ТУ на растворитель.

4.4. Государственный надзор и ведомственный контроль за применением градуировочных смесей осуществляют в соответствии с ГОСТ 8.326—78.

Образец

ПРИЛОЖЕНИЕ

СВИДЕТЕЛЬСТВО № О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ ГРАДУИРОВОЧНОЙ СМЕСИ ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ

_____

(Наименование, номер, тип смеси)

Дата выпуска _____ 19_____ г.

Назначение градуировочной смеси: градуировка в соответствии с МИ 137—77 хроматографических приборов типа _____ предназначенных для контроля содержания _____ в объектах _____

Основные метрологические характеристики:

Условия хранения и эксплуатации _____

Результаты аттестации:

Наименование метрологической характеристики	Полученные значения метрологических характеристик	Предельные погрешности установления метрологических характеристик

По результатам метрологической аттестации (протокол № _____ от _____ 19 _____ г.) градуировочная смесь допускается к применению для градуировки хроматографических приборов типа _____ со сроком действия _____ мес.

Подпись руководителя организации (подразделения), проводившей аттестацию

М.П.

Методика

метрологической аттестации градуировочных смесей для хроматографии, приготовленных на основе стандартных образцов состава исходных веществ

МИ 216—80

Редактор *С. Я. Рыско*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в набор 28.08.80 Подп. к печати 29.10.80 Т—18577 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага типографская № 2 Гарнитура литературная Печать высокая 0,5 усл. печ. л. 0,31 уч.-изд. л. Тираж 3000 Цена 3 коп.

...к Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
...алужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2666

gost.e-ecolog.ru