МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8.625— 2013

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ УНИВЕРСАЛЬНЫЕ АНАЛИЗАТОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОМБИКОРМАХ И СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ

Методика поверки

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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», Подкомитетом ПК 206.5 «Эталоны и поверочные схемы в области измерения физико-химического состава и свойств веществ»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1571-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8.625—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ УНИВЕРСАЛЬНЫЕ АНАЛИЗАТОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОМБИКОРМАХ И СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Chromato-mass-spectrometric multipurpose analyzers for measurement of persistent organic compounds in foodstuffs, feed-stuffs and agricultural productions. Verification procedure

Дата введения — 2015—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хромато-масс-спектрометрические универсальные анализаторы, предназначенные для измерений содержания стойких органических соединений в продуктах питания, комбикормах и сельскохозяйственной продукции (далее — анализаторы), в диапазоне массовой доли от 0,0010 до 10 мкг/кг, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками установлен при утверждении типа анализаторов[1)].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2.601[2)] Единая система конструкторской документации. Эксплуатационные документы

ГОСТ 2.610 Единая система конструкторской документации. Правила выполнения эксплуатационных документов

ГОСТ 8.578[3)] Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические требования

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в

[1)] В Российской Федерации интервал между поверками анализаторов указан в свидетельстве об утверждении типа средств измерений.

[2)] Действует ГОСТ 2.601—2013.

[3)] Действует ГОСТ 8.578—2014.

Издание официальное

государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сокращения

В настоящем стандарте применены следующие сокращения:
ГС — газовые смеси;
ГХБ — гексахлорбензол;
МСД — масс-спектрометрический детектор;
ПО — программное обеспечение;
ПФТБА — перфтортрибутиламин;
СКО — среднее квадратическое отклонение;
СО — стандартный образец;
ЭД — эксплуатационная документация.

Примечание — К ЭД, согласно настоящему стандарту, относятся: руководство по эксплуатации, паспорт, формуляр по ГОСТ 2.601, ГОСТ 2.610.

4 Операции поверки

4.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	9.1
2 Опробование	9.2
3 Подтверждение соответствия ПО*	9.3
4 Определение метрологических характеристик[1)]	9.4
* Данная операция выполняется в том случае, если в нормативных правовых актах страны установлены требования по ее выполнению.	

4.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

1) В Российской Федерации согласно МИ 2531—99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации» определение метрологических характеристик анализаторов при периодической поверке допускается проводить в соответствии с разделом «Контроль точности», реализованной на поверяемом анализаторе методики измерений, аттестованной в соответствии с ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений» и утвержденной в установленном порядке.

Таблица 2 — Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические характеристики (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
9	Барометр-анероид М-67[1]. Цена деления: 1 мм рт. ст
	Психрометр аспирационный М-34-М[2]. Диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 100 %
	Термометр лабораторный ТЛ4 по ГОСТ 28498. Диапазон измерений от 0 °С до 50 °С. Цена деления: 0,1 °С
8.1	Весы лабораторные. Наибольший предел взвешивания не менее 200 г, пределы допустимой абсолютной погрешности не более 0,10 мг
	Колбы мерные 2-100-2; 2-1000-2 по ГОСТ 1770
	Пипетки 1-1-2-0,5 (1, 2, 5, 10) по ГОСТ 29227
	Стандартный образец состава гексахлорбензола*, например: ГСО 7495-98**
	Изооктан квалификации «ХЧ»[3]
9.4	Перфтортрибутиламин квалификации «ЧДА»[4]
	Гелий газообразный марки «А»[5] или марки «55»[6], или марки «50»[7] в баллоне под давлением
	Микрошприцы с номинальной вместимостью от 1,0 до 10 мкл, погрешность дозирования не более 5 %
	Колонка хроматографическая DB-5MS длиной 15—30 м, диаметром 0,25 мм, толщина пленки фазы 0,25 мкм
* Допускается вместо указанного стандартного образца использовать стандартный образец вещества класса полигалогенированных циклопарафинов или ароматических углеводородов, утвержденный в установленном порядке. ** Указан утвержденный тип стандартного образца, зарегистрированный в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации.	

5.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, метрологические характеристики которых не хуже указанных в таблице 2.

5.3 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке (аттестации), ГС в баллонах под давлением — действующие паспорта (сертификаты).

6 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

---

[1] В Российский Федерации — по ТУ 2504-1797-75 «Барометр-анероид контрольный М-67. Технические условия».

[2] В Российский Федерации — по ГРПИ 405132.001 ТУ «Психрометры аспирационные. Технические условия».

[3] В Российской Федерации — по ТУ 2631-008-45579693-2002 «Изооктан для хроматографии. Технические условия».

[4] В Российской Федерации — по ТУ 6-02-2-618-80 «Перфтортрибутиламин. Технические условия».

[5] В Российской Федерации — по ТУ 51-940-80 «Гелий газообразный. Технические условия».

[6] В Российской Федерации — по ТУ 2114-001-45905715-02 «Гелий газообразный».

[7] В Российской Федерации — по ТУ 0271-001-45905715-02 «Гелий газообразный».

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены правила безопасности по ГОСТ 12.2.007.0[1)].

6.4 К проведению поверки анализаторов допускают лиц, ознакомленных с ГОСТ 8.578 и ЭД анализаторов, имеющих квалификацию поверителя и прошедших инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

7 Условия поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия[2)]:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- диапазон относительной влажность окружающего воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

8 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- подготавливают анализатор к работе в соответствии с требованиями ЭД, в качестве газа-носителя используют гелий;
- подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их ЭД;
- проверяют наличие паспортов (сертификатов) и сроков годности ГС в баллонах под давлением и стандартных образцов;
- баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, поверяемый анализатор — согласно требованиям ЭД, но не менее 2 ч;
- в соответствии с методикой, приведенной в приложении А, изготавливают поверочный раствор ГХБ в изооктане с массовой концентрацией 5 нг/см^3 для выполнения измерений по 9.4.3.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность и безопасность;
- исправность органов управления;
- маркировка, соответствующая ЭД;
- четкость надписей на панелях.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если анализатор соответствует перечисленным требованиям.

9.2 Опробование

Проверку общего функционирования анализатора проводят в процессе тестирования согласно ЭД.

Результаты опробования считают положительными, если все технические тесты анализатора завершены успешно.

9.3 Подтверждение соответствия ПО

Подтверждение соответствия ПО анализаторов проводят путем проверки соответствия ПО анализаторов тому ПО анализаторов, которое было зафиксировано (внесено в банк данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений) при утверждении типа анализаторов, и обеспечения защиты ПО от несанкционированного доступа во избежание искажений результатов измерений[3)].

[1)] В Российской Федерации — по ПБ 03-576-03 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

[2)] Если в ЭД на анализаторы рабочие условия установлены в более узком диапазоне, при поверке должны выполняться требования к рабочим условиям, приведенные в ЭД.

[3)] В Российской Федерации — согласно Р 50.2.077—2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Испытания средств измерений в целях утверждения типа. Проверка обеспечения защиты программного обеспечения».

Примечание — Требования и методы проверки ПО установлены нормативными правовыми актами страны.

9.3.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО, установленного в анализатор, согласно ЭД (вывод на дисплей анализатора, распечатка протокола измерений и т.п.);
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при утверждении типа и указанными в ЭД.

9.3.2 Проверку обеспечения защиты ПО от несанкционированного доступа во избежание искажений результатов измерений выполняют согласно ЭД.

9.3.3 Результат подтверждения соответствия ПО анализаторов считают положительным, если идентификационные данные соответствуют установленным при утверждении типа и указанным в ЭД и выполнены требования ЭД в части защиты ПО от несанкционированного доступа.

9.4 Определение метрологических характеристик

9.4.1 Определение разрешающей способности анализатора

Определение разрешающей способности анализатора выполняют, проведя процедуру автоматической настройки МСД по калибровочному веществу, установленному при утверждении типа и указанному в ЭД анализатора.

Определяют разрешающую способность анализатора по формуле

$$R = \frac{M}{\Delta M}, \quad (1)$$

где R — разрешающая способность;

M — молекулярная масса иона, Да;

ΔM — разность масс между двумя соседними разрешенными пиками, Да.

Результат определения разрешающей способности анализатора признают положительным, если измеренное значение соответствует значению, установленному при утверждении типа и указанному в ЭД анализатора.

9.4.2 Определение стабильности шкалы масс

Регистрируют масс-спектр ПФТБА не менее 5 раз с интервалом 1 ч и фиксируют значения масс (*M/z* 69, *M/z* 219, *M/z* 502). Допускается использовать калибровочное вещество, установленное при утверждении типа и указанное в ЭД анализатора.

Результаты определения стабильности шкалы масс признают положительными, если отклонение значений масс наблюдаемых пиков в течение 4 ч от первоначальных не превысит ±0,2 Да (при наличии более строгих требований к стабильности шкалы масс в ЭД поверка осуществляется на соответствие этим требованиям).

9.4.3 Определение чувствительности

9.4.3.1 Устанавливают интервал сканирования в соответствии с установленным при утверждении типа и указанным в ЭД диапазоном.

9.4.3.2 С помощью шприца вместимостью 5 или 10 мкл вводят в капиллярную хроматографическую колонку 1,0 мкл поверочного раствора ГХБ в изооктане. Ввод пробы осуществляют в режиме «без деления потока» 1 мин при температуре испарителя 250 °С. Режим программирования температуры: 60 °С — 1 мин, конечная температура 250 °С — 5 мин, скорость нагрева 15 °С/мин. Расход газа-носителя (гелий газообразный) от 30 до 40 $см^3/с$. Колонка DB-5MS длиной 15—30 м и внутренним диаметром 0,25 мм, толщина пленки фазы 0,25 мкм, либо колонка с аналогичными характеристиками. Указанные режимы применяют при использовании СО (таблица 2), если в ЭД анализатора не установлено иное. Проводят измерение.

9.4.3.3 С помощью системы обработки данных по хроматограмме для молекулярного иона стандартного образца состава определяют:

- высоту хроматографического пика (H_{pik});
- максимальное значение шума (H_{max});
- минимальное значение шума (H_{min}).

Ширина хроматограммы задается системой обработки данных или согласно ЭД.

Отношение сигнал/шум (*N*) вычисляют по формуле

$$N = \frac{\left(H_{pik} - H_n\right)}{\left(H_{\max} - H_{\min}\right)}, \quad (2)$$

$$H_n = \frac{\sum H_i}{i}, \quad (3)$$

где H_n — усредненное значение шума;

i — количество точек измерения значения шума в выбранном диапазоне.

9.4.3.4 Результат определения чувствительности признают положительным, если полученное значение отношения сигнал/шум равно или превышает значение, установленное при утверждении типа и указанное в ЭД анализаторов.

9.4.4 Определение СКО выходного сигнала

Для определения относительного СКО выходного сигнала с помощью шприца вместимостью 10 мкл десять раз вводят в капиллярную колонку 2,0 мкл поверочного раствора ГХБ в изооктане (приложение А)[1)].

9.4.4.1 Относительное СКО выходного сигнала σ_t, %, по времени удерживания вычисляют по формулам

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(T_i - T\right)^2}{n-1}} \cdot \frac{1}{T} \cdot 100, \quad (4)$$

$$T = \frac{\sum_{i=1}^{10} T_i}{10}, \quad (5)$$

где T_i — время удерживания при каждом *i*-м вводе пробы, с;

T — среднее время удерживания, с;

n — число параллельных определений, $n = 10$.

Результат определения СКО по времени удерживания считают положительным, если полученное значение СКО не превышает предела допускаемого СКО, установленного при утверждении типа и указанного в ЭД анализаторов.

9.4.4.2 Относительное СКО выходного сигнала σ_s, %, по площади (высоте) масс-хроматографического пика *M/z* 284 (для СО по таблице 2) вычисляют по формулам

$$\sigma_s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(S_i - S\right)^2}{n-1}} \cdot \frac{1}{S} \cdot 100, \quad (6)$$

$$S = \frac{\sum_{i=1}^{10} S_i}{10}, \quad (7)$$

где S_i — площадь (высота) пика при каждом *i*-м вводе пробы, мВ × с (мВ);

S — среднее арифметическое значение площади (высоты) пика, мВ × с (мВ);

n — число параллельных опредлений, $n = 10$.

Результат определения СКО по площади (высоте) масс-хроматографического пика *M/z* 284 (для СО по таблице 2) считают положительным, если значения СКО не превышают пределов допускаемых СКО, установленных при утверждении типа и указанных в ЭД анализаторов.

[1)] Для приборов, оснащенных автоматической системой ввода проб, ввод поверочного раствора в анализатор осуществляется при помощи данной автоматической системы.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Составляют протокол поверки по форме, приведенной в приложении Б.

10.2 При положительных результатах поверки анализатор признают годным к применению и выписывают на него свидетельство о поверке[1)] установленной формы. При первичной поверке до ввода в эксплуатацию допускается вместо оформления свидетельства о поверке наносить знак поверки (поверительное клеймо) в паспорт анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор не допускают к применению и выдают извещение о непригодности[2)] установленной формы с указанием причин непригодности.

---

1) В Российской Федерации — согласно документу «Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденному Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815.

2) Если в ЭД на анализаторы рабочие условия установлены в более узком диапазоне, при поверке должны выполняться требования к рабочим условиям, приведенные в ЭД.

Приложение А
(обязательное)

Методика приготовления поверочного раствора и рекомендуемые значения массовой концентрации компонентов в поверочных растворах

1 Приготовление поверочного раствора ГХБ в изооктане с массовой концентрацией 5 нг/см^3

1.1 Исходные вещества, используемые для приготовления растворов, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

1.2 Температура окружающей среды при приготовлении растворов не должна изменяться более чем на 4 °С.

1.3 Приготавливают исходный раствор ГХБ в изооктане с номинальным значением массовой концентрации 10 мкг/см^3.

1.3.1 Определяют массу мерной колбы вместимостью 100 см^3 m_1, мг.

1.3.2 В мерную колбу вносят 10 мг ГХБ (см. таблицу 2, п. 8.1) и вновь взвешивают колбу m_2, мг.

1.3.3 Вычисляют массу ГХБ m, мг, по формуле

$$m = m_2 - m_1. \quad (A.1)$$

1.3.4 В мерную колбу с ГХБ вводят от 50 до 75 см^3 изооктана (см. таблицу 2), перемешивают содержимое. Переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки (1000 см^3). Полученный раствор тщательно перемешивают.

1.3.5 Рассчитывают массовую концентрацию исходного раствора ГХБ в изооктане по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V}, \quad (A.2)$$

где m — масса контрольного компонента, мг;

V — объем приготовленного раствора, см^3.

1.4 Промежуточный раствор ГХБ в изооктане с номинальным значением массовой концентрации 100 нг/см^3 и поверочный раствор ГХБ в изооктане с номинальным значением массовой концентрации 5 нг/см^3 приготавливают путем последовательного разбавления из исходного раствора ГХБ в изооктане.

1.4.1 Для приготовления промежуточного раствора мерной пипеткой отбирают 1 см^3 исходного раствора ГХБ в изооктане и вносят его в сухую чистую мерную колбу на 100 см^3. Доводят раствор до метки (100 мл) изооктаном и тщательно перемешивают.

1.4.2 Для приготовления поверочного раствора мерной пипеткой отбирают 5 см^3 промежуточного раствора ГХБ в изооктане и вносят его в сухую чистую мерную колбу на 100 см^3. Доводят раствор до метки (100 см^3) изооктаном и тщательно перемешивают.

2 Хранение поверочных растворов

2.1 Растворы хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 °С до 8 °С.

2.2 Срок хранения исходного раствора 3—5 дней. Срок хранения остальных растворов не более 10 дней.

3 Расчет относительной погрешности приготовления поверочных растворов

При необходимости относительную погрешность действительного значения массовой концентрации компонента в поверочном растворе σc, %, рассчитывают с учетом процедуры приготовления по формуле

$$\sigma c = 1{,}1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1}100\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2}100\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_k}{m_k}100\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_{k+r}}{m_{k+r}}100\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_k}{v_k}100\right)^2 + \left(\sigma C_{\text{А}}\right)^2},$$

где v_1 — объем раствора стандартного образца, отмеряемый пипеткой, см^3;

Δv_1 — предел допускаемой абсолютной погрешности измерения объема используемой пипеткой, см^3;

v_2 — вместимость мерной колбы, 100 см^3;

Δv_2 — допускаемая абсолютная погрешность номинального объема используемой колбы вместимостью 100 см^3;

m_k — масса колбы вместимостью 100 см^3, мг;

Δm_k — допускаемая абсолютная погрешность взвешивания массы используемой колбы вместимостью 100 см^3, мг;

m_{k+r} — масса колбы вместимостью 100 см^3 с навеской гексахлорбензола, мг;

Δm_{k+r} — допускаемая абсолютная погрешность взвешивания массы колбы вместимостью 100 см^3 с навеской гексахлорбензола, мг;

v_k — вместимость мерной колбы, 1000 см^3;

Δv_k — допускаемая абсолютная погрешность номинального объема используемой колбы вместимостью 1000 см^3;

$\sigma C_{\text{À}}$ — относительная погрешность измерения аттестованного значения массовой концентрации компонента в стандартном образце, %.

4 Процедура обеспечивает приготовление поверочных растворов с относительной погрешностью не более 3 %.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки анализатора

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

_____

(тип СИ)

Заводской номер _____

Принадлежит _____

Наименование изготовителя _____

Дата выпуска _____

Наименование нормативного документа по поверке _____

Наименование, обозначение, заводские номера применяемых средств поверки/номера паспортов СО _____

_____

Вид поверки (первичная, периодическая)

(нужное подчеркнуть)

Условия поверки:

- температура окружающей среды _____
- относительная влажность окружающей среды _____
- атмосферное давление _____

Результаты проведения поверки

1) Опробование _____

2) Подтверждение соответствия программного обеспечения[1)]

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения

3) Определение метрологических характеристик

3.1) Определение разрешения

Допустимое значение, Да	Значение, полученное при поверке, Да

3.2) Определение стабильности шкалы масс

Наблюдаемые пики, M/z	Значения масс, Да					Допустимое отклонение значений масс, Да	Отклонение значений масс, полученное при поверке, Да
	1	2	3	4	5		
69						±0,2	
219						±0,2	
502						±0,2	

[1)] Данный пункт приводится в протоколе в том случае, если при поверке анализатора выполнялась операция по подтверждению соответствия ПО. Объем данных, указываемых в таблице, определен в ЭД анализаторов. Наименование и номер версии ПО приводятся обязательно.

3.3) Определение чувствительности

Минимальное допустимое отношение сигнал/шум	Отношение сигнал/шум, полученное при поверке

3.4) Определение СКО выходного сигнала

Значение выходного сигнала		Относительное СКО выходного сигнала			
		Допустимое значение		Значение, полученное при поверке	
T_i	S_i	σ_t	σ_s	σ_t	σ_s

Вывод: _____,

Заключение _____, зав. № _____
(тип СИ)

соответствует (не соответствует) предъявляемым требованиям и признано годным (не годным) для эксплуатации.

Подпись поверителя _____

Выдано свидетельство о поверке _____ от _____
(Выдано извещение о непригодности _____ от _____)

УДК 543.07:006.354 МКС 17.020, 71.040.40 Т80

Ключевые слова: хромато-масс-спектрометры; методика поверки; погрешность; метрологические характеристики

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 20.03.2019. Подписано в печать 11.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,60.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru