МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION

РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ
СТАНДАРТИЗАЦИИ

РМГ 55— 2003

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ЧИСТЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Методы аттестации. Основные положения

31-04
18

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ФОНД СТАНДАРТОВ РОССИИ ГОССТАНДАРТ

Издание официальное

Москва
ИПК Издательство стандартов
2004

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» Госстандарта России

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22 от 6 ноября 2002 г.)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 11 февраля 2004 г. № 54-ст РМГ 55—2003 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящим рекомендациям публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст этих изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящих рекомендаций соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004

В Российской Федерации настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ЧИСТЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Методы аттестации. Основные положения

State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials for composition of pure organic substances. Methods of certification. Principles basic

Дата введения — 2004—07—01

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на стандартные образцы (далее — СО) состава чистых органических веществ (за исключением полимеров и сложных природных соединений некоторых классов), находящиеся в конденсированном состоянии и содержащие не менее 98 % основного компонента, и определяют способы установления аттестованного значения таких СО.

Примечание — Настоящие рекомендации могут быть распространены на СО веществ меньшей степени чистоты (до 90 %), не являющиеся механическими смесями, при невозможности или нецелесообразности их дальнейшей очистки.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные нормативные документы:

ГОСТ 8.010—90[1)] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ 8.207—76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.531—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

ГОСТ 8.532—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ

РМГ 53—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

Издание официальное

3 Термины, определения и сокращения

В настоящих рекомендациях применены следующие термины с соответствующими определениями и сокращениями:

3.1 **методика выполнения измерений;** МВИ: По ГОСТ 8.010.

3.2 **государственный стандартный образец;** ГСО: По ГОСТ 8.315.

3.3 **аттестуемая характеристика СО, метрологические характеристики СО, аттестованное значение СО, метрологическая аттестация СО, методика аттестации СО, погрешность от неоднородности:** По ГОСТ 8.315.

3.4 **количественный химический анализ;** КХА: Экспериментальное определение содержания одного или ряда компонентов вещества в пробе.

3.5 **предел обнаружения компонента:** Минимально обнаруживаемое содержание компонента в анализируемом объекте по данной МВИ.

Примечание. — Предел обнаружения компонента — это оценка минимально обнаруживаемого содержания компонента, которая представляет собой максимальный нулевой сигнал градуировочной кривой некоторого прибора. Например, для хроматографических методов это такое содержание компонента, которое вызывает на хроматограмме пик в 2 раза превышающий уровень шумов [1].

4 Общие положения

4.1 Стандартные образцы состава чистых органических веществ (далее — СО СОВ) разрабатывают и утверждают в порядке, установленном ГОСТ 8.315.

4.2 Аттестуемой характеристикой СО СОВ является величина, выражающая содержание основного компонента и, при необходимости, примесных компонентов, а именно:

- массовая, молярная, объемная доля;
- массовая, молярная концентрация.

В некоторых случаях (при невозможности или нецелесообразности создания СО состава индивидуальных веществ) аттестуемой характеристикой может быть содержание суммы соединений одного класса, например алифатических монокарбоновых кислот, полихлорбифенилов, рассматриваемых как основной компонент.

4.3 Установление значения аттестуемой характеристики возможно:

а) прямым методом — путем непосредственных измерений этой величины;

б) косвенным методом — путем измерений содержания примесей и последующего вычисления содержания основного компонента.

4.4 Измерения содержания компонентов в материале СО СОВ проводят по МВИ. Разработку необходимых МВИ (при отсутствии таковых) проводят в процессе разработки СО СОВ.

МВИ могут быть оформлены в виде отдельных документов или разделов документов (например, технических условий или методик приготовления и аттестации СО), в том числе отчета о разработке СО (при разовом выпуске). Построение и изложение отдельных документов на МВИ или разделов документов должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.010.

4.5 МВИ, с помощью которых устанавливают аттестованное значение ГСО СОВ, должны проходить метрологическую экспертизу и аттестацию в головном органе Государственной службы стандартных образцов или национальном органе метрологической службы в процессе утверждения типа либо должны быть аттестованы организацией, аккредитованной в установленном порядке.

5 Метрологическая аттестация стандартных образцов состава чистых органических веществ

5.1 Метрологическая аттестация СО СОВ состоит из следующих этапов:

- предварительной оценки чистоты и изучения состава материала СО;
- разработки и аттестации МВИ содержания основного компонента или (и) примесей;
- расчета метрологических характеристик (далее — МХ) СО: аттестованного значения и его погрешности.

Примечание — Стабильность СО устанавливают в соответствии с [2]. Однородность чистых органических веществ исследуют при необходимости в соответствии с ГОСТ 8.531.

5.2 Предварительную оценку чистоты и изучение состава материала СО СОВ проводят для выбора способа установления аттестованного значения и МВИ содержания компонентов.

Состав материала СО СОВ исследуют, используя комплекс методов анализа органических веществ (таких как спектрофотометрия, ядерный магнитный резонанс, элементный анализ, дифференциальная сканирующая калориметрия). Применение газовой или высокоэффективной жидкостной хроматографии для обнаружения и идентификации примесей является обязательным. Пределы обнаружения примесей в материале СО применяемыми методами КХА должны быть незначимы по сравнению с нормированной погрешностью аттестованного значения СО.

Примечание — Специфика органических химических веществ заключается в том, что в качестве примесей они обычно содержат вещества, обладающие такими же химическими или (и) физическими свойствами, как и основной компонент (гомологи, изомеры и т. п.). Поэтому при изучении состава материала СО проводят целенаправленный поиск компонентов, мешающих определению основного компонента, так как ни межлабораторный эксперимент, ни использование эталонов не предотвратят появления значительных систематических погрешностей результатов измерений без учета этого факта.

5.3 МВИ содержания основного компонента, основанная на любом методе КХА, должна:

- обладать достаточной чувствительностью и избирательностью к определяемому компоненту;
- обеспечивать погрешность аттестованного значения СО СОВ, достаточную для выполнения его метрологических функций;
- обеспечивать связь аттестуемой характеристики с точно определенной величиной единицы концентрации.

Для выполнения последнего условия в МВИ содержания основного (аттестуемого) компонента для градуировки приборов или в качестве титрантов следует использовать СО категорией не ниже, чем аттестуемые. Это условие необязательно для МВИ, при оценке и контроле характеристик погрешности результатов измерений которых используют ГСО СОВ.

Примечание — В приложении А приведена краткая характеристика некоторых методов КХА, используемых для метрологической аттестации ГСО СОВ.

5.4 В МВИ содержания примесей для градуировки приборов по примесным компонентам в качестве добавок или титрантов используют СО, аттестованные смеси или реактивы с установленной степенью чистоты. При отсутствии таких реактивов возможно использование модельных веществ, т. е. веществ, сходных между собой по строению, химическим и физическим свойствам, например гомологов, а также расчетных значений градуировочных коэффициентов.

5.5 Погрешность результата измерений, получаемого по МВИ, оценивают расчетным способом, суммируя установленные значения случайной и систематической составляющих погрешности. Случайную составляющую погрешности оценивают экспериментально в соответствии с ГОСТ 8.207, а систематическую погрешность (СП) — либо расчетным способом по ГОСТ 8.207, выявляя и суммируя числовые значения ее составляющих, либо экспериментально в соответствии с [3].

5.5.1 Оценивание СП проводят расчетным способом при возможности оценить погрешность каждого этапа измерений и при отсутствии методической погрешности. Например, если измерение содержания компонентов проводят по МВИ, основанной на химических реакциях, то необходимо доказательство полноты и необратимости химической реакции.

5.5.2 Оценивание СП проводят экспериментально при наличии необходимых для этого аналогичных типов СО СОВ категорией не ниже, чем аттестуемый СО (их число может быть менее трех). При их отсутствии (например, при разработке нового типа ГСО СОВ) возможно применение «модельных СО», т. е. СО состава веществ, относящихся к тому же классу, обладающих такими же химическими или физическими свойствами, состав материала которых известен и близок к составу аттестуемого СО СОВ.

5.6 Определение содержания примесей или основного компонента в материале аттестуемого СО СОВ по МВИ можно проводить либо в одной, либо в нескольких лабораториях в виде межлабораторного эксперимента. При внутрилабораторной аттестации СО СОВ число измерений устанавливают в соответствии с РМГ 53 по априорным сведениям о соотношении случайной и систематической составляющих погрешности.

В любом случае проводят не менее десяти измерений по МВИ содержания основного компонента и шести — содержания примесей.

5.7 Расчет МХ СО СОВ (без учета погрешности от неоднородности и нестабильности [2]) проводят в зависимости от выбранного метода установления аттестованного значения и вида аттестационного анализа (внутрилабораторного или межлабораторного). Если измерения по одной и той же МВИ выполнены независимо в нескольких лабораториях, то сначала проводят обработку полученных результатов в соответствии с ГОСТ 8.532.

5.7.1 При установлении аттестованного значения СО СОВ прямым методом результат измерений по МВИ содержания аттестуемого компонента (C_0) и его погрешность (ΔC_0) при выполнении нормативов

контроля погрешности являются метрологическими характеристиками СО СОВ, если содержание примесей в материале СО СОВ, мешающих определению, не превышает погрешность аттестованного значения СО СОВ. В противном случае в метрологические характеристики СО СОВ вводят поправки:

$$A_{\text{СО прям}} = C_s - \sum_{i=1}^{N} C_{p_i}, \quad (1)$$

$$\Delta_{\text{СО прям}} = [(\Delta C_s)^2 + \sum_{i=1}^{N} (\Delta C_{p_i})^2]^{1/2}, \quad (2)$$

где $A_{\text{СО прям}}$ — аттестованное прямым методом значение СО;

$\Delta_{\text{СО прям}}$ — погрешность аттестованного прямым методом значения СО;

C_s — суммарное содержание аттестуемого компонента и N мешающих, т. е. определяемых совместно с основным компонентом примесей;

N — число мешающих примесей;

C_{p_i} — содержание i-й мешающей примеси;

ΔC_s — погрешность определения C_s;

ΔC_{p_i} — погрешность определения C_{p_i}.

5.7.2 При установлении аттестованного значения СО СОВ косвенным методом метрологические характеристики СО СОВ рассчитывают по формулам:

$$A_{\text{СО косв}} = 100 - \sum_{i=1}^{N} C_{p_i}, \quad (3)$$

$$\Delta_{\text{СО косв}} = \left[\sum_{i=1}^{N} (\Delta C_{p_i})^2\right]^{1/2}, \quad (4)$$

где $A_{\text{СО косв}}$ — аттестованное косвенным методом значение СО;

N — число содержащихся в СО примесей, влияющих на его МХ;

C_{p_i} — содержание i-й примеси;

$\Delta_{\text{СО косв}}$ — погрешность аттестованного косвенным методом значения СО;

ΔC_{p_i} — погрешность определения C_{p_i}.

Примечание — Если содержание примесей в материале СО СОВ ниже предела обнаружения примененных методов анализа, то поступают следующим образом:

- устанавливают возможный состав примесей в исходном материале, пользуясь в том числе и литературными данными;
- оценивают пределы обнаружения приоритетных примесей в материале СО СОВ (Cl_i);
- аттестованное значение СО СОВ выражают в виде доверительного интервала, верхняя граница которого равна 100 %, а значение нижней ($A_{\text{СО н}}$, %) определяют по формуле

$$A_{\text{СО н}} = 100 - \sum_{i=1}^{N_{\text{п}}} Cl_i, \quad (5)$$

где $N_{\text{п}}$ — число приоритетных примесей.

Приложение А
(справочное)

Методы количественного химического анализа, применяемые для метрологической аттестации государственных стандартных образцов состава чистых органических веществ

При разработке ГСО нового типа чаще всего используют МВИ содержания основного компонента методами, основанными на химических реакциях, и МВИ содержания примесей хроматографическим или криометрическим методом.

А.1 Измерения содержания основного компонента методами, основанными на химических реакциях, — титриметрическим или комбинированным (с применением физико-химических приборов для определения продуктов реакции), проводят при наличии у аттестуемого вещества необходимых химических свойств.

А.1.1 При использовании титриметрического метода содержание основного компонента рассчитывают по количеству СО состава титранта, затраченного на стехиометрическое взаимодействие с ним или с избытком реагента, взаимодействующего с аттестуемым компонентом. При использовании комбинированного метода содержание основного компонента рассчитывают по количеству нового вещества, образовавшегося в результате химической реакции, которое определяют с помощью физико-химического средства измерений, градуируя его по СО состава образовавшегося вещества.

Основным недостатком данных методов является отсутствие избирательности, поэтому изучение состава материала аттестуемого СО СОВ проводят с целью обнаружить примеси, обладающие такими же химическими свойствами, как и основное вещество. Для обнаружения и идентификации примесей применяют хроматографию, хроматомасс-спектрометрию, используют данные, относящиеся к технологии получения исходного материала или составу технического продукта.

А.1.2 К числу основных составляющих СП МВИ титриметрическим методом (при расчетном методе ее оценки), как правило, относят:

- погрешность аттестованного значения концентрации титранта в растворе;
- погрешность измерений объема раствора, использованного на титрование пробы материала аттестуемого СО СОВ;
- погрешность определения массы пробы материала аттестуемого СО СОВ;
- погрешность установления точки эквивалентности;
- методическую погрешность, обусловленную особенностями химической реакции.

Последняя составляющая должна быть незначима. Если такая информация отсутствует, то ее устанавливают экспериментально или переходят к экспериментальной оценке СП.

Одной из основных составляющих СП МВИ титриметрическим методом является погрешность СО, используемого в качестве титранта, поэтому в качестве титранта рекомендуется применять ГСО состава химического вещества. Погрешность результатов МВИ при этом может составить не более 0,3 %. При отсутствии таких ГСО возможно использование в качестве титрантов химических веществ, предварительно аттестованных с помощью указанных ГСО. При этом погрешность может увеличиться до 1 %.

Примечание — Перечень ГСО состава химических веществ 1-го разряда, аттестованных с погрешностью не более 0,03 % при доверительной вероятности (P) 0,95:

- СО состава калия двухромовокислого, ГСО 2215—81.
- СО состава калия фталевокислого кислого, ГСО 2216—81.
- СО состава трилона Б, ГСО 2960—84.
- СО состава натрия щавелевокислого, ГСО 3219—85.
- СО состава натрия хлористого, ГСО 4391—88.

А.1.3 Метрологические характеристики ГСО СОВ, аттестованных с использованием МВИ содержания основного компонента титриметрическим или комбинированным методом, рассчитывают по формулам (1) и (2).

А.2 Сущность криометрического метода анализа состоит в том, что изменение температуры фазового перехода «твердое вещество — жидкость» dT связано с молярной долей примесей D_p через криоскопическую константу K соотношением: $D_p = KdT$. При отсутствии значения криоскопической константы измерения проводят методом добавок.

Преимущество криометрии состоит в том, что с ее помощью измеряют суммарную концентрацию всех присутствующих в веществе примесей.

А.2.1 МВИ содержания примесей криометрическим методом используют для аттестации СО СОВ с содержанием основного компонента не менее 98 %, поэтому необходимо предварительное хроматографическое исследование чистоты материала СО СОВ.

Применение криометрического метода сопряжено с априорным подтверждением соответствия состава материала образца некоторым требованиям; в частности, для доказательства отсутствия образования твердых растворов между примесями и основным компонентом необходимо проведение предварительных опытов с различной скоростью кристаллизации. В случае образования твердых растворов, что наиболее вероятно для высокочистых органических веществ, определение примесей возможно только для бинарных систем, а для многокомпонентных систем возможна лишь приблизительная оценка содержания примесей.

А.2.2 Оценку СП результатов измерений по МВИ криометрическим методом проводят расчетным способом, экспериментальный способ применяют только при наличии ГСО состава вещества с близкой температурой плавления, известным составом примесей, относящегося к химическим веществам того же класса.

Для МВИ, использующих криоскопические константы, основными составляющими СП (при ее оценке расчетным способом) являются погрешность значения криоскопической константы и погрешность измерения температуры. Для МВИ, выполняемых методом добавок, это — погрешность, вносимая процедурой приготовления смеси аттестуемого вещества с добавкой, и методическая погрешность, обусловленная выбором добавки и ее количества. Последняя составляющая должна быть незначима. Если такая информация отсутствует, то ее устанавливают экспериментально или переходят к экспериментальной оценке СП.

А.2.3 Аттестуемой с помощью криометрического метода характеристикой СО СОВ является молярная доля основного компонента ($A_{\text{СО косв}} = D_0$), значение которой рассчитывают по формуле (3), а погрешность аттестованного значения ($\Delta_{\text{СО косв}} = \Delta D_0$) по формуле (4), где $\Sigma C_{p_i} = D_p$, $\Delta\Sigma C_{p_i} = \Delta D_{p_i}$. Результаты записывают, оставляя не более двух цифр после запятой. Относительная погрешность МВИ содержания примесей криометрическим методом (ΔD_p), как правило, не превышает 20 % — 30 %. Следовательно, при $D_0 > 99$ % погрешность аттестованного значения СО СОВ составит 0,2 % — 0,3 %.

Чувствительность криометрического метода анализа составляет 10^{-3} %, поэтому при аттестации СО СОВ с точностью до 10^{-2} % значение предела обнаружения примесей можно не учитывать.

Однако для жидких и твердых СО СОВ необходимо установление значения массовой доли основного компонента D_0^m и ее погрешности ΔD_0^m. Использовать в качестве D_0^m значение D_0 (округленное до десятых долей процента) возможно лишь после тщательного исследования состава материала СО СОВ и идентификации примесей. При этом значение ΔD_0^m рассчитывают по формуле

$$\Delta D_0^m = [(D_p^m - D_p)^2 + (\Delta D_p)^2]^{1/2}, \qquad (А.1)$$

где $D_p^m - D_p = D_0 D_p (1 - M_p/M_0)$, при условии, что предел обнаружения примесей в материале СО СОВ при исследованиях незначим по сравнению с ΔD_0^m. Если установлено, что молекулярная масса присутствующих в СО примесей M_p не превышает молекулярную массу основного компонента M_0 более чем в 2 раза, то значение ΔD_0^m, %, не превышает рассчитанного по формуле

$$\Delta D_0^m = [(100 - D_0)^2 + (\Delta D_0)^2]^{1/2}. \qquad (А.2)$$

Результаты этих расчетов приводят в инструкции по применению ГСО.

А.3 Хроматография позволяет определять содержание каждой примеси в отдельности, так как основана на различии в коэффициентах распределения веществ между двумя фазами. Хроматография применима для аттестации большинства органических веществ (либо газожидкостная — для летучих и термически стабильных веществ, либо высокоэффективная жидкостная) как наиболее универсальный, высокочувствительный и селективный метод анализа.

А.3.1 Для обнаружения всех примесей, присутствующих в материале СО СОВ, в количестве, превышающем нормированное значение погрешности аттестации СО СОВ, его хроматографируют на нескольких фазах, с универсальными и селективными детекторами, используя данные, относящиеся к технологии получения вещества. Далее проводят идентификацию примесных компонентов. Наиболее надежный метод идентификации — хроматомасс-спектрометрия.

Чувствительность данных методов позволяет определять в большинстве случаев содержание примесей на уровне сотых долей процента и менее, т. е. предел обнаружения примесей в основном не превышает этого уровня и при аттестации СО с точностью до десятых долей процента его значение можно не учитывать.

А.3.2 После идентификации примесей разрабатывают МВИ их содержания в материале аттестуемого СО СОВ. Те примеси, содержание которых незначительно (т. е. не влияет на значения МХ СО), можно не определять. Измерения проводят в условиях, обеспечивающих отсутствие искажения пиков примесей и хорошее разделение их между собой и с основным веществом.

Градуировочную характеристику хроматографа устанавливают для каждого определяемого компонента, используя для этого градуировочные растворы (смеси) примесных компонентов (любых СО, реактивов с установленной чистотой, модельных веществ). Возможно использование теоретических значений градуировочных коэффициентов.

А.3.3 Погрешность МВИ содержания примесей хроматографическим методом определяют расчетно-экспериментальным способом с оценкой СП также расчетным способом. К основным составляющим СП, как правило, относят:

- погрешность установления градуировочной характеристики (определения градуировочных коэффициентов), зависящую от метода градуировки прибора и погрешности СО или аттестованных смесей, используемых для этого;
- погрешность, вносимую процедурой подготовки пробы материала СО СОВ для анализа;
- погрешность дозирования пробы при вводе в хроматограф (для метода внешней градуировки).

Суммарную погрешность измерений площадей пиков при исправной аппаратуре и отсутствии методических погрешностей (от искажения пиков) рассматривают как случайную.

А.3.4 Метрологические характеристики СО СОВ, аттестованного косвенным методом с использованием МВИ хроматографическим методом, определяют по формулам (3) и (4). Результаты записывают, оставляя не более одной цифры после запятой. Относительная погрешность МВИ содержания примесей хроматографическим методом, как правило, не превышает 20 %, поэтому погрешность аттестованного значения СО СОВ чистотой не менее 99 %, установленная косвенным методом, не превышает 0,2 %.

Библиография

[1] Представление результатов химического анализа (Рекомендации IUPAC 1994 г.) // Ж. аналит. химии. — 1998. — Т. 53. — № 9. — С. 1006

[2] МИ 1952—88 Государственная система обеспечения единства измерений. Стабильность стандартных образцов состава веществ и материалов. Методика оценки. — Екатеринбург, 1996

[3] МИ 2336—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. — Екатеринбург, 2003

УДК 389.1:006.354:543 МКС 17.020 Т80

Ключевые слова: стандартные образцы, чистые органические вещества, метрологическая аттестация, количественный химический анализ, хроматография, титриметрия, криометрия

Рекомендации по межгосударственной стандартизации

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ЧИСТЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Методы аттестации. Основные положения

РМГ 55—2003

БЗ 11—2002/20

Редактор Л.В. Афанасенко
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.02.2004. Подписано в печать 17.03.2004. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 352 экз. Зак. 307. Изд. № 3176/4. С 1147.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru