

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**

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

Директор Н. Г. Семанко
Руководитель В. А. Саложников
Исполнитель Д. П. Налобин

Всесоюзным научно-исследовательским институтом метрологической службы (ВНИИМС)

Директор А. А. Черноярский
Руководитель Г. Н. Ворохов
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).

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 готовят на основе стандартных образцов состава исходных веществ (пестицидов и углеводов) 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 .

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 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

$$\delta_{a.c} \leq \frac{1}{3} \delta_{пр}, \quad (1)$$

где $\delta_{a.c}$ — характеристика относительной погрешности смеси, %.

$$\delta_{a.c} = \frac{\Delta}{A} \cdot 100, \quad (2)$$

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

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

$$\text{в мкг/мл: } C_i = \frac{m_i}{V} A_i;$$

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

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

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 соответствии с размерностью величины Δ_t).

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_t должны оканчиваться цифрами одного и того же разряда. Числовое значение Δ_t 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_i 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.

**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 28.03.80 Подп. к печати 29.10.80 Т—18577 Формат 60×90^{1/4} Бумага типограф-
ская № 2 Гарнитура литературная Печать высокая 0,5 усл. печ. л. 0,31 уч.-изд. л. Тя-
раж 3000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2666