

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

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

Директор Н. Г. Семенко  
Руководитель В. А. Саложников  
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).

## 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 осуществляют 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  $\Delta_i$ .

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 течение 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

$$\delta_{a.c} < \frac{1}{3} \delta_{ap}, \quad (1)$$

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

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

здесь  $\Delta$  и  $A$  — характеристика погрешности и значение аттестованной характеристики соответственно (см. п. 2);  $\delta_{ap}$  — 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

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

где  $\Delta_{A_i}$  — характеристика погрешности СО  $i$ -го исходного вещества, %, указанная в свидетельстве на СО и поделенная на 100 %;  $\Delta_V$  — 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  $\Delta_i$ ).

Примечание. Если исходное вещество отмеряют в микрограммах, в выражение (4) следует подставить вместо  $v_i$  и  $\Delta_V$  соответственно  $m_i$  и  $\Delta m_i$  в микрограммах.

3.4. Числовые значения величин  $C_i$  и  $\Delta_i$  должны оканчиваться цифрами одного и того же разряда. Числовое значение  $\Delta_i$  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  $\Delta_t$  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.

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 метрологиче- ской характеристики	Полученные значения метрологических характе- ристик	Предельные погрешности установления метрологи- ческих характеристик

По результатам метрологической аттестации (протокол № \_\_\_\_\_  
от \_\_\_\_\_ 19 \_\_\_\_\_ г.) градуировочная смесь допускается к приме-  
нению для градуировки хроматографических приборов типа \_\_\_\_\_  
со сроком действия \_\_\_\_\_ мес.

Подпись руководителя организации (подразделения), проводившей аттестацию

M.J.

## 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 60×90<sup>1/16</sup> Бумага типограф-  
ская № 2 Гарнитура литературная Печать высокая 0,5 усл. печ. л. 0,31 уч.-изд. л. Ти-  
раж 3000 Цена 3 коп.

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