



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
8.735.2—
2013

Государственная система обеспечения единства измерений

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА
ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ
ОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОНЕНТОВ В ЖИДКИХ И
ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВАХ
И МАТЕРИАЛАХ**

**ПЕРЕДАЧА ЕДИНИЦ ОТ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО
ЭТАЛОНА НА ОСНОВЕ ЖИДКОСТНОЙ И ГАЗОВОЙ ХРОМАТО-МАСС-
СПЕКТРОМЕТРИИ С ИЗОТОПНЫМ РАЗБАВЛЕНИЕМ И
ГРАВИМЕТРИИ**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0–2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

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 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 сентября 2013 г. № 1073-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

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

Введение

Настоящий стандарт входит в комплекс стандартов, распространяющихся на государственную поверочную схему для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. В стандарте конкретизированы положения основополагающего стандарта ГОСТ Р 8.735.0, отражающие особенности передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОНЕНТОВ В ЖИДКИХ И ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВАХ И МАТЕРИАЛАХ

Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии

State system for ensuring the uniformity of measurements.

State hierarchy scheme for measuring instruments of the content of organic components in liquid and solid media and materials

Transfer of the units from the state primary standard based on liquid and gas chromat-mass-spectrometry with isotope dilution and gravimetry

Дата введения—2014—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на государственную поверочную схему для средств измерений содержания органических компонентов¹⁾ в жидких и твердых веществах и материалах и устанавливает порядок передачи единиц²⁾ массовой (молярной) доли компонентов, %, массовой (молярной) концентрации компонентов, г/дм³ (моль/дм³) от государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии с помощью вторичных и рабочих эталонов рабочим средствам измерений.

Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии (далее – государственный первичный эталон) входит в состав комплекса государственных первичных эталонов по ГОСТ Р 8.735.0.

Передача единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов от государственного первичного эталона осуществляется в соответствии с государственной поверочной схемой по ГОСТ Р 8.735.0, приведенной в приложении А настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

1) Содержание компонента (содержание компонента В) – обобщённое наименование группы величин, характеризующих химический состав веществ и материалов [1].

2) Передача единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов с помощью эталонов сравнения, вторичных и рабочих эталонов осуществляется при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях средств измерений и стандартных образцов, аттестации методик измерений, контроле точности измерений, выполняемых по аттестованным методикам измерений (термины и соответствующие определения установлены в [2], [3] и ГОСТ Р 8.563).

ГОСТ Р 8.735.0—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения

ГОСТ 8.021—2005 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений массы

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сокращения

3.1 В настоящем стандарте приведены следующие сокращения:

ГХ-МС — газовая хромато-масс-спектрометрия;

ВЭЖХ-МС — высокоэффективная жидкостная хромато-масс-спектрометрия;

ГХ — газовая хроматография;

ВЭЖХ — высокоэффективная жидкостная хроматография.

4 Государственный первичный эталон

4.1 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии включает в себя:

- эталонный комплекс аналитической аппаратуры, основанной на методах ГХ-МС, ГХ-МС с пламенно-ионизационным детектированием, ВЭЖХ-МС, масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, полимеразной цепной реакции в режиме реального времени, титрования Карла Фишера и др.;

- эталонный комплекс гравиметрической аппаратуры;

- первичные эталонные чистые органические вещества (в том числе изотопномеченные) и первичные эталонные растворы органических веществ и материалов (в том числе органических макромолекул);

- эталоны сравнения — стандартные образцы чистых органических веществ и растворов органических веществ и материалов (в том числе органических макромолекул).

Для обеспечения функционирования государственного первичного эталона используется единица массы (кг), заимствованная от эталона массы согласно поверочной схеме ГОСТ 8.021 и получаемая в процессе поверки соответствующих средств измерений, входящих в состав эталона.

4.2 Государственный первичный эталон обеспечивает воспроизведение единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в чистых органических веществах и в растворах органических веществ и материалов, указанных в таблице 1, со средними квадратическими отклонениями результатов измерений, неисключенными систематическими погрешностями и стандартными неопределенностями, значения которых не превышают:

- 1) для воспроизведения единиц массовой (молярной) доли компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %:

- среднее квадратическое отклонение результата измерений S_o от 1,10 % до 0,004 % при пяти независимых измерениях;

- неисключенная систематическая погрешность θ_o от 1,7 % до 0,005 % (при доверительной вероятности $P = 0,95$);

- стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А, u_{Ao} от 1,10 % до 0,004 % при пяти независимых измерениях;

- стандартная неопределенность, оцениваемая по типу В, u_{Bo} от 1,0 % до 0,003 %;

2) для воспроизведения единиц массовой концентрации компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм^3 и молярной концентрации компонентов в диапазоне от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \text{ моль/дм}^3$:

- среднее квадратическое отклонение результата измерений S_o от 1,10 % до 0,4 % при пяти независимых измерениях;

- неисключенная систематическая погрешность θ_o от 1,7 % до 0,5 % (при доверительной вероятности $P = 0,95$);

- стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А, u_{Ao} от 1,10 % до 0,4 % при пяти независимых измерениях;

- стандартная неопределенность, оцениваемая по типу В, u_{Bo} от 1,0 % до 0,3 %.

4.3 Государственный первичный эталон применяют для передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации вторичным эталонам – высокоточным измерительным установкам и стандартным образцам, рабочим эталонам – измерительным установкам и стандартным образцам и рабочим средствам измерений методом прямых измерений и методом сличения с помощью компаратора с использованием эталонов сравнения.

4.4 Эталоны сравнения – стандартные образцы чистых органических веществ и растворов органических веществ и материалов применяют для воспроизведения и передачи единиц массовой (молярной) доли компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 99,99 %; массовой концентрации компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм^3 и молярной концентрации компонентов в диапазоне от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \text{ моль/дм}^3$. Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения – стандартным образцам чистых веществ и растворов органических веществ и материалов

Наименование компонента	Диапазон значений	Доверительная относительная погрешность (при $P = 0,95$), %, не более
Пестициды: полихлорбифенилы; полиароматические углеводороды; ароматические углеводороды; простые органические соединения и растворители;	Массовой (молярной) доли от $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 99,99 %	3,0 – 0,010
органические кислоты; полихлорированные дибензо-п-диоксины и дибензофураны;	Массовой концентрации от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм^3 .	3,0 – 1,0
органические макромолекулы и др.	Молярной концентрации от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \text{ моль/дм}^3$	

5 Вторичные эталоны

5.1 В качестве вторичных эталонов используют:

- высокоточные измерительные установки, основанные на методах ГХ-МС, ГХ-МС с пламенно-ионизационным детектированием, ВЭЖХ-МС, полимеразной цепной реакции в режиме реального времени и др.;

- стандартные образцы состава чистых органических веществ и растворов органических веществ и материалов (в том числе органических макромолекул).

5.2 Вторичные эталоны – высокоточные измерительные установки предназначены для измерений массовой (молярной) доли компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %; массовой концентрации компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм³ и молярной концентрации компонентов в диапазоне от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм³.

Доверительная относительная погрешность вторичных эталонов – высокоточных измерительных установок (при доверительной вероятности $P = 0,95$) составляет:

- от 6 % до 0,020 % в диапазоне измерений массовой (молярной) доли компонентов от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %;

- от 6 % до 2,0 % в диапазоне измерений массовой концентрации компонентов от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм³ и молярной концентрации компонентов от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм³.

5.3 Требования к метрологическим характеристикам вторичных эталонов – стандартных образцов состава чистых органических веществ и растворов органических веществ и материалов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Требования к метрологическим характеристикам вторичных эталонов – стандартных образцов чистых веществ и растворов органических веществ и материалов

Наименование компонента	Диапазон значений	Доверительная относительная погрешность (при $P = 0,95$), %, не более
Пестициды: полихлорбифенилы; полиароматические углеводороды; ароматические углеводороды; простые органические соединения и растворители;	Массовой (молярной) доли от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %	6 – 0,020
органические кислоты; полихлорированные дибензо-п-диоксины и дибензофураны; органические макромолекулы и др.	Массовой концентрации от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм ³ . Молярной концентрации от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм ³	6 – 2,0

Вторичные эталоны – стандартные образцы чистых веществ и растворов органических веществ и материалов прослеживаются к государственному первичному эталону:

- по линейным цепям метрологической прослеживаемости, если их метрологические характеристики устанавливаются с применением государственного первичного эталона или эталонов сравнения и вторичных эталонов – высокоточных измерительных установок;

- по одной из ветвей разветвленной цепи метрологической прослеживаемости, если их метрологические характеристики устанавливаются по процедуре приготовления из чистых веществ, массовая доля основного компонента в которых установлена с применением эталонов сравнения по 4.4. По другим ветвям стандартный образец может прослеживаться к эталонам из других поверочных схем или к другому государственному первичному эталону данной поверочной схемы (см. приложение А).

5.4 Вторичные эталоны предназначены для передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов рабочим эталонам и рабочим средств-

вам измерений методом прямых измерений и методом сличения с помощью компаратора с использованием стандартных образцов – вторичных эталонов.

6 Рабочие эталоны

6.1 В качестве рабочих эталонов¹⁾ используют:

- измерительные установки, основанные на методах ГХ-МС, ГХ-МС с пламенно-ионизационным детектированием, ВЭЖХ-МС, полимеразной цепной реакции в режиме реального времени и др.;
- стандартные образцы состава чистых органических веществ и растворов органических веществ и материалов (в том числе органических макромолекул).

6.2 Рабочие эталоны – измерительные установки предназначены для измерений массовой (молярной) доли компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %; массовой концентрации компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм³ и молярной концентрации компонентов в диапазоне от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм³.

Доверительная относительная погрешность рабочих эталонов – измерительных установок (при доверительной вероятности $P = 0,95$) составляет:

- от 12 % до 0,04 % в диапазоне измерений массовой (молярной) доли компонентов от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %;
- от 12 % до 4 % в диапазоне измерений массовой концентрации компонентов от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм³ и молярной концентрации компонентов от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм³.

6.3 Требования к метрологическим характеристикам рабочих эталонов – стандартных образцов состава чистых органических веществ и растворов органических веществ и материалов приведены в таблице 3.

¹⁾ Соответствуют рабочим эталонам 1-го разряда.

Таблица 3 — Требования к метрологическим характеристикам рабочих эталонов — стандартным образцам чистых веществ и растворов органических веществ и материалов

Наименование компонента	Диапазон значений	Доверительная относительная погрешность (при $P = 0,95$), %, не более
Пестициды: полихлорбифенилы; полиароматические углеводороды; ароматические углеводороды; простые органические соединения и растворители;	Массовой (молярной) доли от $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 99,99 %	12 – 0,04
органические кислоты; полихлорированные дибензо-п-диоксины и дибензофураны; органические макромолекулы и др.	Массовой концентрации от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм ³ . Молярной концентрации от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм ³	12 – 4

6.4 Рабочие эталоны предназначены для передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов рабочим средствам измерений методом прямых измерений и методом сличения с использованием стандартных образцов — рабочих эталонов.

7 Рабочие средства измерений

7.1 В качестве рабочих средств измерений используют аналитические приборы специального и универсального назначения¹ — газовые хроматографы с различных типов детекторами (масс-селективный, пламенно-ионизационный, электронно-захватный и др.), жидкостные хроматографы с детекторов различных типов (электрохимическими, флуоресцентными, масс-спектрометрическими и др.), биоанализаторы различных типов и др.

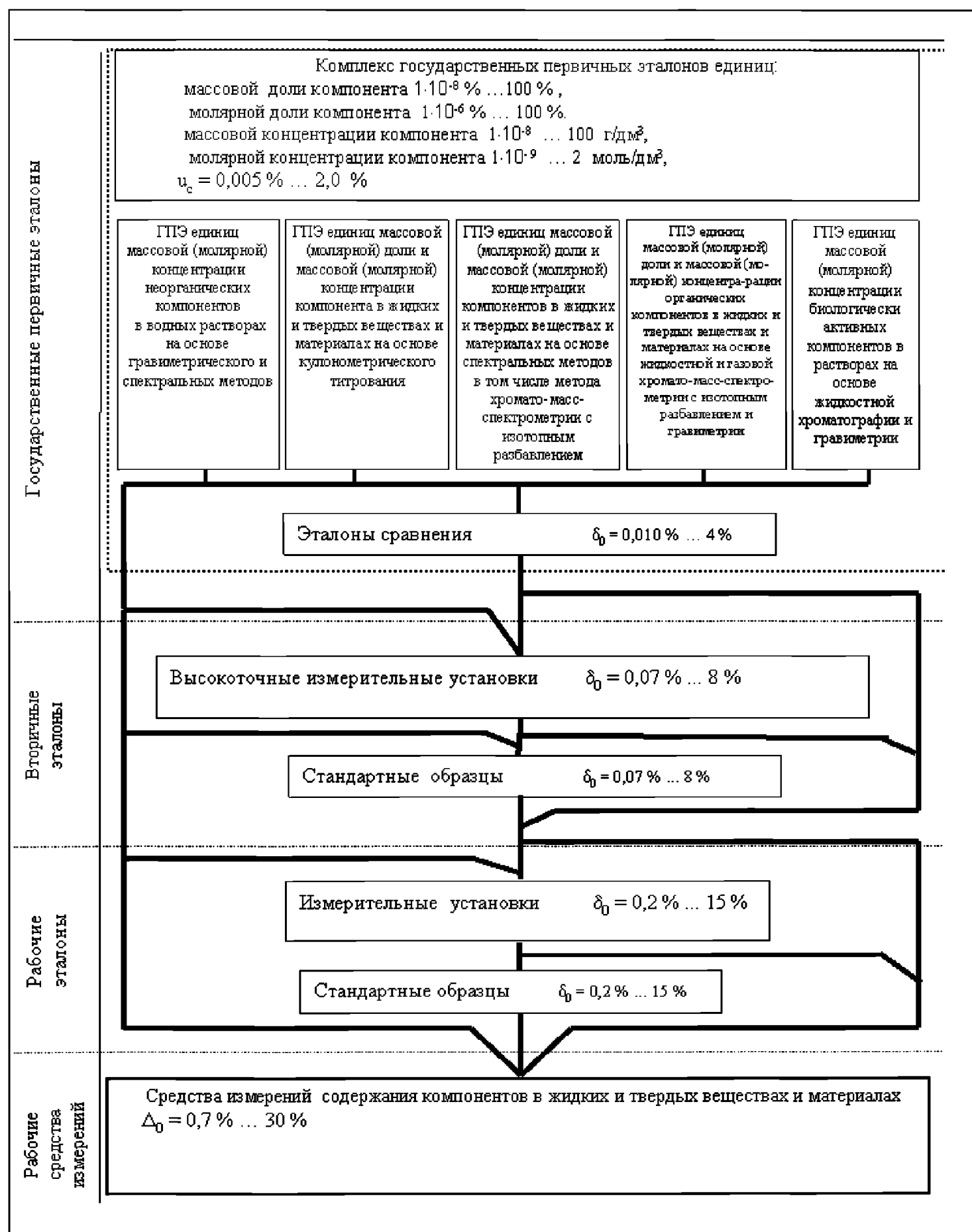
7.2 Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов, Δ_0 , (при доверительной вероятности $P = 0,95$) составляют:

- от 30 % до 0,10 % в диапазоне измерений массовой (молярной) доли компонентов от $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 99,99 %;
- от 30 % до 10 % в диапазоне измерений массовой концентрации компонентов от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм³ и молярной концентрации компонентов от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм³.

¹⁾ Аналитические приборы универсального назначения применяют в соответствии с аттестованными методиками измерений по ГОСТ Р 8.563.

Приложение А (обязательное)

Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах по ГОСТ Р 8.735.0



Библиография

- | | | |
|-----|------------------|--|
| [1] | ИСО 80000–9:2009 | Величины и единицы - Часть 9: Физическая химия и молекулярная физика |
| [2] | № 102-ФЗ | Федеральный закон Российской Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» |
| [3] | РМГ 29–99 | Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Термины и определения |

УДК 681.2.089:006.354

ОКС 17.020

Ключевые слова: государственная поверочная схема, органические компоненты, жидкие и твердые вещества и материалы, государственный первичный эталон, эталон сравнения, вторичный эталон, рабочий эталон, рабочее средство измерений

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84^{1/8}.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1441.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru

info@gostinfo.ru