

УТВЕРЖДЕНА
приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «10» июня 2021 г. № 988

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

1. Область применения

Настоящая государственная поверочная схема распространяется на средства измерений содержания органических и элементоорганических 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, ГЭТ 208 (далее - государственный первичный эталон) вторичным и рабочим эталонам, средствам измерений содержания органических и элементоорганических компонентов (далее – компонентов) и стандартным образцам состава компонентов в жидких и твердых веществах и материалах в целях обеспечения единства измерений единиц величин, характеризующих химический состав веществ и материалов.

Графическая часть Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах представлена в приложении А.

2. Сокращения

В настоящей государственной поверочной схеме применены следующие сокращения:

ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография;

ВЭЖХ-МС – высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием;

ГХ – газовая хроматография;

ГХ-МС – газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектированием;

ИСП-МС – масс-спектрометрия с ионизацией в индуктивно связанной плазме;

ПЦР-РВ - полимеразная цепная реакция в режиме реального времени;

ТГА/СТА - термогравиметрия и синхронный термический анализ.

3. Государственный первичный эталон

¹⁾ Содержание компонента (содержание компонента В) – обобщённое наименование группы величин (массовая (молярная) доля компонента и массовая (молярная) концентрация компонента), характеризующих химический состав веществ и материалов.

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.

3.1. Государственный первичный эталон включает в себя два комплекса установок, первичные эталонные чистые органические и элементоорганические вещества (далее – чистые вещества) и эталоны сравнения:

3.1.1. Аналитический комплекс в составе восьми установок:

установка на основе метода ГХ-МС для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в чистых веществах и материалах;

установка на основе метода ВЭЖХ-МС для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в чистых веществах и материалах;

установка на основе метода ГХ для измерения массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в чистых веществах и материалах;

установка на основе метода ВЭЖХ для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в чистых веществах и материалах;

установка на основе метода ИСП-МС для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в чистых веществах и элементоорганических компонентов в чистых веществах, растворах и материалах;

установка на основе метода кулонометрического титрования по Карлу Фишеру для измерений массовой доли воды в чистых веществах;

установка для измерения молярной доли (концентрации) органических макромолекул на основе метода ПЦР-РВ;

установка на основе метода ТГА/СТА для измерений массовой доли компонентов в чистых веществах.

3.1.2. Гравиметрический комплекс в составе четырех гравиметрических установок.

3.1.3. Первичные эталонные чистые вещества;

3.1.4. Эталоны сравнения чистых веществ и их растворов (в том числе органических макромолекул).

Воспроизведение единиц массовой (молярной) доли основного компонента в чистых веществах с использованием государственного первичного эталона базируется на основе косвенного метода «массового баланса» («100 % минус сумма примесей»). Эталонные установки, входящие в состав государственного первичного эталона, применяют для измерений массовой (молярной) доли примесей в чистых веществах методом прямых измерений и последующего воспроизведения единицы массовой (молярной) доли основного компонента расчетным методом.

Для обеспечения функционирования государственного первичного эталона используют единицу массы [килограмм (кг)] и единицу объема [метр кубический (м^3)], которые заимствуют от эталона массы и эталона единицы объема жидкости и получают посредством поверки соответствующих средств измерений, входящих в состав эталона.

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

3.2.1 для воспроизведения единиц массовой (молярной) доли основного компонента в чистых веществах в диапазоне от 94,00 % до 99,99 %:

относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений S_o от 1,1 % до 0,004 % при 5 независимых измерениях;

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

относительная стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А, u_{Ao} от 1,1 % до 0,004 % при 5 независимых измерениях;

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

3.2.2 для воспроизведения единиц массовой доли компонентов в растворах в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 50 % и массовой доли компонентов в материалах в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 99,99 %:

относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений S_o от 1,1 % до 0,004 % при 5 независимых измерениях;

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

относительная стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А, u_{Ao} от 1,1 % до 0,004 % при 5 независимых измерениях;

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

3.2.3 для воспроизведения единиц массовой концентрации компонентов в растворах и материалах в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм³ и молярной концентрации компонентов в растворах и материалах в диапазоне от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм³:

относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений S_o от 1,1 % до 0,4 % при 5 независимых измерениях;

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

относительная стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А, u_{Ao} от 1,1 % до 0,4 % при 5 независимых измерениях;

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

3.3. Государственный первичный эталон применяют для передачи единиц содержания компонентов вторичным эталонам – высокоточным измерительным установкам и стандартным образцам, рабочим эталонам – измерительным установкам и стандартным образцам, а также средствам измерений методами: прямых и косвенных измерений, сличений при помощи компаратора, сличений при помощи эталонов сравнения, непосредственного сличения.

3.4. Первичные эталонные чистые вещества с установленными значениями содержания основного компонента используют для передачи единиц величин, воспроизводимых ГЭТ 208, в целях сличений ГЭТ 208 с национальными эталонами других стран и исследований его метрологических характеристик.

Эталоны сравнения в виде чистых веществ с установленными значениями содержания основного компонента используют для хранения и передачи единиц величин, воспроизводимых ГЭТ 208, с целью исследования метрологических характеристик ГЭТ 208 и сличений с национальными эталонами других стран. Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения в виде чистых веществ с установленными значениями содержания основного компонента приведены в таблице 1.

3.5. Эталоны сравнения – стандартные образцы¹ состава чистых веществ применяют для хранения и передачи единиц массовой (молярной) доли основного компонента в диапазоне от 94,00 % до 99,99 % в соответствии с поверочной схемой, приведенной в приложении А. Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения – стандартных образцов состава чистых веществ приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения – стандартным образцам состава чистых веществ

Наименование групп компонентов	Диапазон значений	Доверительные границы относительной погрешности (при $P = 0,95$), не более, %
Органические: пестициды, полициклические ароматические углеводороды, полихлорированные бифенилы, спирты, ароматические и алифатические углеводороды, органические кислоты и их эфиры, фталаты, витамины, аминокислоты, антибиотики, микотоксины, органические макромолекулы и др. Элементоорганические: оловоорганические, селеноорганические, ртутьорганические и др.	массовой (молярной) доли компонентов от 94,00 % до 99,99 %	3,0 – 0,010

¹ Применение любого типа эталонов сравнения - стандартных образцов обеспечивает демонстрацию прослеживаемости к единицам величин, воспроизводимым ГЭТ 208.

Эталоны сравнения – стандартные образцы состава растворов применяют для хранения и передачи единиц массовой доли компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 50 %.

Эталоны сравнения – стандартные образцы материалов применяют для хранения и передачи единиц массовой доли компонентов в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %.

Эталоны сравнения – стандартные образцы состава растворов и стандартные образцы материалов применяют для хранения и передачи единиц 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.

Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения – стандартных образцов состава растворов и стандартных образцов материалов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Требования к метрологическим характеристикам эталонов сравнения – стандартным образцам состава растворов и стандартным образцам материалов

Наименование групп компонента	Диапазон значений	Доверительные границы относительной погрешности (при $P = 0,95$), не более, %
Органические: пестициды, полициклические ароматические углеводороды, полихлорированные бифенилы, спирты, ароматические и алифатические углеводороды, органические кислоты и их эфиры, фталаты, витамины, аминокислоты, антибиотики, микотоксины, органические макромолекулы и др. Элементоорганические: оловоорганические, селеноорганические, ртутьорганические и др.	массовой доли компонентов в растворах от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 50 %	3,0 – 0,010
	массовой доли компонентов в материалах от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %	3,0 – 0,010
	массовой концентрации компонентов в растворах и материалах от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм ³ молярной концентрации компонентов в растворах и материалах от $0,2 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм ³	3,0 – 1,0

4. Вторичные эталоны

4.1. В качестве вторичных эталонов, в зависимости от номенклатуры измерительных задач, применяют:

высокоточные измерительные установки, основанные на методах ГХ-МС, ВЭЖХ-МС, ПЦР-РВ и др.;

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

4.2. 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.

Доверительные границы относительной погрешности вторичных эталонов – высокоточных измерительных установок (при доверительной вероятности $P = 0,95$) составляют:

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.

4.3. Требования к метрологическим характеристикам вторичных эталонов – стандартных образцов состава чистых веществ, состава растворов и стандартных образцов материалов приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Требования к метрологическим характеристикам вторичных эталонов – стандартных образцов состава чистых веществ, состава растворов и стандартных образцов материалов

Наименование компонента	Диапазон значений	Доверительные границы относительной погрешности (при $P = 0,95$), не более, %
Органические: пестициды, полициклические ароматические углеводороды, полихлорированные бифенилы, спирты, ароматические и алифатические углеводороды, органические кислоты и их эфиры, фталаты, витамины, аминокислоты, антибиотики, микотоксины, органические макромолекулы и др. Элементоорганические: оловоорганические, селеноорганические, ртутьорганические и др.	массовой (молярной) доли компонентов от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %	6 – 0,020
	массовой концентрации компонентов от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм ³ молярной концентрации компонентов от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 2,0 моль/дм ³	6 – 2,0

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

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

по одной из ветвей разветвлённой цепи метрологической прослеживаемости, если их метрологические характеристики устанавливают по процедуре приготовления из чистых веществ, массовая (молярная) доля основного компонента в которых установлена с применением эталонов сравнения по 3.4-3.5. По другим ветвям стандартный образец может прослеживаться к эталонам из других поверочных схем или к другому государственному первичному эталону.

4.4. Вторичные эталоны предназначены для передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов рабочим эталонам и рабочим средствам измерений методами: прямых и косвенных измерений, непосредственного сличения.

5. Рабочие эталоны

5.1. В качестве рабочих эталонов применяют:

измерительные установки, основанные на методах ГХ и ГХ-МС, ВЭЖХ и ВЭЖХ-МС, ПЦР РВ и др.;

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

5.2. Рабочие эталоны – измерительные установки предназначены для измерений массовой доли компонентов в растворах в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 50 %; массовой доли компонентов в материалах в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %; массовой концентрации компонентов в растворах и материалах в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм^3 и молярной концентрации компонентов в растворах и материалах в диапазоне от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \text{ моль/дм}^3$.

Доверительные границы относительной погрешности рабочих эталонов – измерительных установок (при доверительной вероятности $P = 0,95$) составляют:

от 15 % до 0,04 % в диапазоне измерений массовой (молярной) доли компонентов от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %;

от 20 % до 4 % в диапазоне измерений массовой концентрации компонентов от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм^3 и молярной концентрации компонентов от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \text{ моль/дм}^3$.

5.3. Требования к метрологическим характеристикам рабочих эталонов – стандартных образцов состава растворов и стандартных образцов материалов приведены в таблице 4.

5.4. Рабочие эталоны предназначены для передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов рабочим

средствам измерений методами: прямых и косвенных измерений, непосредственного сличения.

Таблица 4 – Требования к метрологическим характеристикам рабочих эталонов – стандартным образцам состава растворов и стандартным образцам материалов

Наименование компонента	Диапазон значений	Доверительные границы относительной погрешности (при $P = 0,95$), не более, %
Пестициды, полициклические ароматические углеводороды, олихлорированные бифенилы, спирты, ароматические и алифатические углеводороды, органические кислоты и их эфиры, фталаты, витамины, аминокислоты, антибиотики, микотоксины, органические макромолекулы, элементоорганические и др.	массовой доли компонентов в растворах от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 50 %	15 – 0,04
	массовой доли компонентов в материалах от $1,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 99,99 %	15 – 0,04
Пестициды, полициклические ароматические углеводороды, полихлорированные бифенилы, спирты, ароматические и алифатические углеводороды, органические кислоты и их эфиры, фталаты, витамины, аминокислоты, антибиотики, микотоксины, органические макромолекулы, элементоорганические и др.	массовой концентрации компонентов в растворах и материалах от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до 100 г/дм^3 молярной концентрации компонентов в растворах и материалах от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \text{ моль/дм}^3$	20 – 4

6. Рабочие средства измерений

6.1. В качестве рабочих средств измерений применяют аналитические приборы специального и универсального назначения¹ – газовые хроматографы с различными типами детекторов (масс-селективный, пламенно-ионизационный, электронно-захватный и др.), жидкостные хроматографы с различными типами

¹ Аналитические приборы универсального назначения применяют в соответствии с аттестованными методиками измерений.

детекторов (электрохимический, флуоресцентный, масс-спектрометрический и др.), биоанализаторы различных типов и др.

6.2. Пределы допускаемой относительной погрешности рабочих средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, Δ_0 , составляют:

от 70 % до 0,10 % в диапазоне измерений массовой (молярной) доли компонентов в растворах и материалах от $1,0 \cdot 10^{-12}$ % до 99,99 %;

от 70 % до 10 % в диапазоне измерений массовой концентрации компонентов в растворах и материалах от $1,0 \cdot 10^{-12}$ до 100 г/дм^3 и молярной концентрации компонентов в растворах и материалах от $0,20 \cdot 10^{-3}$ до 10 моль/дм^3 .