

ГОСТ 8.485-83

Группа Т88.6\*

---

\* В указателе "Национальные стандарты" 2005 г.  
группа Т88.5

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Государственная система обеспечения единства измерений

### ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ГАЗОВЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ

Методы и средства поверки

**State system for ensuring the uniformity of measurements. Analytical gas laboratory chromatographs. Methods and means of verification**

ОКСТУ 0008

Дата введения 1984-07-01

РАЗРАБОТАН Государственным комитетом СССР по стандартам

ИСПОЛНИТЕЛИ

В.Г.Цейтлин (руководитель темы); Ю.Н.Павлов; Ш.Р.Фаткудинова; С.В.Теребилова

ВНЕСЕН Государственным комитетом СССР по стандартам

Член Госстандарта Л.К.Исаев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 марта 1983 г. N 1315

Официальное издание

М.: Издательство стандартов, 1983

Настоящий стандарт распространяется на аналитические газовые лабораторные хроматографы (далее - хроматографы) по ГОСТ 24313-80 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Пояснения терминов, используемых в настоящем стандарте, приведены в справочном приложении 3.

## СОДЕРЖАНИЕ

[1. Операции и средства поверки](#)

[2. Условия поверки и подготовка к ней](#)

[3. Проведение поверки](#)

[4. Оформление результатов поверки](#)

[Приложение 1 \(обязательное\). Норма для детекторов](#)

[Приложение 2 \(обязательное\). Форма протокола](#)

[Приложение 3 \(справочное\). Пояснения терминов, используемых в настоящем стандарте](#)

### 1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице.

Наименование операции	Номер пункта стандарта	Обязательность проведения операции при		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	эксплуатации и хранении
Внешний осмотр	3.1	Да	Да	Да
Опробование	3.2	Да	Да	Да
Определение метрологических характеристик:	3.3			
определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	3.3.1	Да	Да	Да**
определение изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы хроматографа	3.3.2	Да*	Да	Да**
определение погрешности коэффициента деления выходного сигнала	3.3.3	Да	Да	Да**
определение стабильности градуировочной характеристики	3.3.4	Нет	Нет	Да***

\* Для хроматографов, подвергаемых периодическим испытаниям.

\*\* При отсутствии нормативно-технической документации на методику выполнения измерений хроматографом.

\*\*\* При наличии нормативно-технической документации на методику выполнения измерений хроматографом.

1.2. При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

секундомер класса 1 по ГОСТ 5072-79;

источник регулируемого напряжения типа ИРН-64, диапазон напряжений 0-100 мВ;

источник малых токов типа ИТ-12: погрешность  $\pm(0,015 + 0,1 \frac{I_k}{I_x})\%$ , где  $I_k$  - верхний предел измерений по шкале;  $I_x$  - значение измеряемого тока;

цифровой вольтметр типа Ц 1513: погрешность  $\pm(0,5 \pm 0,1 U_k / U_x)\%$ , где  $U_k$  - верхний предел измерений по шкале,  $U_x$  - значение измеряемого напряжения;

потенциометр типа ПП-63 класса 0,05 по ГОСТ 9245-79;

потенциометр типа КСП4 класса 0,5, диапазон измерений - 0,1 ÷ 0,9 мВ;

металлическая линейка класса 1 по ГОСТ 427-75;

лупа типа ЛИ-3-10X по ГОСТ 8309-75;

микрошприц типа "Газохром-101", объемы доз  $0,5 \cdot 10^{-3}$  и  $1,0 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, погрешность дозирования 2%;

смесь пропана с гелием или азотом, диапазон объемной доли пропана 0,19-3,3%, погрешность аттестации 10%;

линдан (99%);

метафос (98%);

гексан (99%).

Указанные средства поверки должны быть поверены или аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.002-71\* и ГОСТ 8.326-78\*\*.

\* Отменен. На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.002-94

\*\* Отменен. На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009-94.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящем стандарте.

1.3. При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства поверки:

бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 20292-74;

термометр типа ТЛ4 N 2 по ГОСТ 215-73;

психрометр типа ПБ-1БМ по ГОСТ 6353-52;

газохроматографическая колонка по ГОСТ 16285-80;

газообразный гелий (99-99,5%);

азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74;

технический азот по ГОСТ 9293-74;

технический водород марки А по ГОСТ 3022-80;

технический воздух по ГОСТ 17433-80 или ГОСТ 11882-73;

активная окись алюминия А-1 по ГОСТ 8136-76;

хроматон N=AW или N=AW DMCS, фракция 0,25-0,3 мм;

жидкая фаза SE=30.

## **2. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ**

2.1. При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 24313-80.

2.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

приготовление контрольных смесей;

подготовка колонок;

проверка герметичности газовых линий хроматографа.

Подготовительные работы следует выполнять в соответствии с указаниями, изложенными в нормативно-технической документации на хроматограф конкретного типа (НТД).

2.3. Требования безопасности - по ГОСТ 24313-80.

## **3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### 3.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков паспортным данным;

четкость маркировки;

исправность механизмов и крепежных деталей.

### 3.2. Опробование

3.2.1. Опробование осуществляют в соответствии с требованиями НТД. Хроматограф включают, и после выхода на режим определяют дрейф нулевого сигнала, уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала и значение амплитуды выходного сигнала при заданной концентрации типового вещества.

3.2.2. Дрейф и уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала определяют при соблюдении условий, указанных в НТД.

Устанавливают минимальное значение коэффициента деления выходного сигнала или максимальную чувствительность интегратора и скорость диаграммной ленты 600 мм/ч.

3.2.3. Дрейф нулевого сигнала принимают равным наибольшему смещению нулевого сигнала в течение 1 ч.

3.2.4. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

3.2.5. Для определения амплитуды выходного сигнала на вход хроматографа 5 раз подают смесь в соответствии с обязательным приложением 1, измеряют 5 реализаций выходного сигнала с помощью линейки и лупы или интегратора и определяют среднее арифметическое значение  $\bar{h}$ .

3.2.6. Значение амплитуды выходного сигнала определяют по формуле

$$A = \frac{M}{M_{\text{ш}}} \cdot \bar{h}, \quad (1)$$

где  $M$  - коэффициент деления, установленный при определении амплитуды выходного сигнала;

$M_{\text{ш}}$  - коэффициент деления, при котором нормируют уровень флуктуационных шумов.

Значение амплитуды выходного сигнала  $A$  должно быть не менее минимально допустимого значения амплитуды выходного сигнала  $A_{\text{д}}$ , которое определяют по ГОСТ 24313-80.

### 3.3. Определение метрологических характеристик

3.3.1. Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала определяют при условиях, указанных в обязательном приложении 1.

Значения коэффициентов деления выходного сигнала устанавливают такими, при которых значения высоты хроматографических пиков, соответствующих контрольному компоненту, превышают 40% шкалы потенциометра типа КСП4 или типа ЛКС.

Относительное среднее квадратическое отклонение определяют для всех информативных параметров выходного сигнала, для которых эту характеристику нормируют: времени удерживания, высоты и площади пика.

На вход хроматографа 10 раз подают смесь в соответствии с обязательным приложением 1 и вычисляют 10 значений выходного сигнала:

$t_1, t_2, \dots, t_{10}$  - значения времени удерживания контрольного компонента, вычисленные от момента ввода смеси до момента выхода вершины пика компонента, с;

$h_1, h_2, \dots, h_{10}$  - значения высоты пиков контрольного компонента, мм;

$S_1, S_2, \dots, S_{10}$  - значения площади пиков (мм/с) контрольного компонента, определенные умножением высоты пика (мм) на ширину пика на половине его высоты (с) или с помощью интегратора (усл. ед.).

Допускается исключать аномальные результаты наблюдений по ГОСТ 11.002-73. Уровень значимости принимают равным 0,05.

Определяют средние арифметические значения выходных сигналов  $\bar{h}$ ,  $\bar{t}$ ,  $\bar{S}$  и ширины пика  $\bar{\mu}$  на половине его высоты по формулам:

$$\bar{h} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n h_i ; \quad (2)$$

$$\bar{t} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_i ; \quad (3)$$

$$\bar{S} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_i ; \quad (4)$$

$$\bar{\mu} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \mu_i , \quad (5)$$

где  $n$  - число наблюдений, полученное после исключения аномальных результатов наблюдений.

Определяют значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов по формулам:

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}; \quad (6)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}; \quad (7)$$

$$\sigma_S = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}. \quad (8)$$

Полученные значения  $\sigma_t$ ,  $\sigma_h$ ,  $\sigma_S$  не должны превышать указанных в НТД.

### 3.3.2. Определение изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы хроматографа

Проводят операции по п.3.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала.

Через 48 ч непрерывной работы хроматографа снова проводят измерения по п.3.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала.

Изменение выходного сигнала  $\delta_t$  в процентах за 48 ч непрерывной работы хроматографа определяют по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{x}_t - \bar{x}}{\bar{x}} 100, \quad (9)$$

где  $\bar{x}$  - средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала.

Изменение выходного сигнала  $\delta_t$  за 48 ч непрерывной работы хроматографа не должно превышать значения, установленного в НТД.

Примечание. Необходимость непрерывной работы устанавливают органы метрологической службы, осуществляющие поверку хроматографа. При соответствующем обосновании допускается уменьшать время непрерывной работы.

### 3.3.3. Определение погрешности коэффициента деления выходного сигнала

Ко входу усилителя или устройства переключения коэффициентов деления выходного сигнала вместо детектора подключают источник тока типа ИТ-12 или напряжения типа ИРН-64. К выходу усилителя или устройства переключения коэффициентов деления сигнала подключают измерительный прибор типа КСП4 или типа ПП-63. Устанавливают минимальный коэффициент деления сигнала  $M_1$ .

На вход усилителя или устройства переключения коэффициентов деления сигнала подают соответственно ток  $I_1$  или напряжение  $U_1$  и регистрируют показание измерительного прибора  $L_{1,1}$ .

Коэффициент деления изменяют на короткое время и затем возвращают его к исходному значению. Регистрируют показание измерительного прибора  $L_{1,2}$ . Операцию повторяют пять раз и затем определяют среднее арифметическое значение показаний измерительного прибора  $\bar{L}$ .

Значения  $L_i$  определяют при каждом значении коэффициента деления сигнала  $M_i$ . Средние арифметические значения показаний измерительного прибора определяют при соответствующих им значениях напряжения  $U_i$  или тока  $I_i$ .

Относительную погрешность коэффициента деления в процентах вычисляют по формулам:

при подаче напряжения

$$\Delta M_i = \left( \frac{L_1 M_1 U_i}{L_i M_i U_1} - 1 \right) 100 \quad (10)$$

при подаче тока

$$\Delta M_i = \left( \frac{L_1 M_1 I_i}{L_i M_i I_1} - 1 \right) 100. \quad (11)$$

Полученное значение  $\Delta M_i$  не должно превышать указанное в НТД.

### 3.3.4. Определение стабильности градуировочной характеристики

На вход хроматографа 10 раз подают градуировочную смесь, указанную в НТД на методику выполнения измерений, с концентрацией  $C$  анализируемого компонента, соответствующей начальному значению диапазона измерений, и вычисляют значения выходного сигнала  $x_i$ . Значения концентрации компонентов в градуировочной смеси должны соответствовать значениям, указанным в НТД на методику выполнения измерений.

Погрешность измерений концентрации в смеси должна также соответствовать требованиям НТД.

Вычисляют среднее арифметическое значение  $\bar{x}$  и значение относительного изменения выходного сигнала  $A$  по формуле

$$A = \left[ \frac{\bar{x} - x_{\text{гр}}}{x_{\text{гр}}} \right], \quad (12)$$

где  $x_{\text{гр}}$  - значение выходного сигнала, соответствующее по градуировочной характеристике концентрации  $C$  анализируемого компонента.

Значение  $A$  не должно превышать более чем в 1,4 раза погрешность градуировки, установленную НТД. Если значение  $A$  превышает указанное, то проводят проверку хроматографа по пп.3.3.1-3.3.3.

Примечание. Если в НТД на методику выполнения измерений не нормирована номинальная статическая характеристика преобразования, то определяют относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, подавая на вход хроматографа аттестованную смесь. Концентрация компонентов в смеси должна соответствовать указанной в НТД.

#### 4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. Результаты поверки хроматографа заносят в протокол по форме обязательного приложения 2.

4.2. Результаты поверки хроматографа с двумя и более детекторами заносят в отдельные протоколы для хроматографа с каждым из детекторов.

4.3. Положительные результаты государственной первичной поверки оформляют записью в паспорте, удостоверенной подписью поверителя, и опломбируют крепежные винты на корпусах блоков прибора.

4.4. Положительные результаты ведомственной первичной поверки оформляют записью в паспорте в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

4.5. Положительные результаты государственной периодической поверки оформляют выдачей свидетельства установленной формы и вновь опломбируют крепежные винты на корпусах блоков хроматографа.

4.6. Положительные результаты ведомственной периодической поверки оформляют в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

4.7. Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящего стандарта, к выпуску в обращение и применению не допускают и на них выдают извещение с указанием причин непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1  
Обязательное

Условия поверки	Норма для детекторов							
	по теплопроводности	пламенно-ионизационного	Электроно-захватного	Постоянной скорости рекомбинации электронов	ионизационно-резонансного	пламенно-фотометрического	термоионного	Термоаэрозольного
Температура, °С, в термостатах: колонок	200±10							
детектора, испарителя	150±10	250±10						
Расход газ-носителя, см <sup>3</sup> /мин	30±10				60±10		30±10	
Газ-носитель	Гелий или азот		Азот					
Вид дозатора, объем дозы, см <sup>3</sup>	Газовый, 0,125		Микрошприц 1·10 <sup>-3</sup>					
Колонка, заполнение и обработка	Металлическая длиной 2 м, заполненная алюмогелем А=1 (фракция 0,25-0,5 мм), обработанным 5%-ным раствором Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		Стеклоанная длиной 1 м, заполненная хроматоном (фракция 0,125-0,16 мм), пропитанным 5%-ным раствором SE-30					
Контрольная смесь:	Пропан-гелий (азот)		Линдан-гексан			Метафос-гексан		
массовая концентрация контрольного компонента,	(3,5-6,0)·10 <sup>-2</sup>	(3,5-6,0)·10 <sup>-3</sup>	(4,0-5,0)·10 <sup>-5</sup>			(1,5-2,0)·10 <sup>-2</sup>	(1,5-2,0)·10 <sup>-4</sup>	

мг/см <sup>3</sup>					
объемная доля контрольного компонента, %	1,9-3,3	(1,9-3,3)· ·10 <sup>-1</sup>	-		

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
Обязательное

**ПРОТОКОЛ N \_\_\_\_\_**  
**поверки хроматографа, принадлежащего**

\_\_\_\_\_

наименование организации

Тип хроматографа \_\_\_\_\_ Детектор \_\_\_\_\_

Изготовитель \_\_\_\_\_ Год изготовления \_\_\_\_\_

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя \_\_\_\_\_

Наименование и номера блоков \_\_\_\_\_

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ К (°C)

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа

относительная влажность \_\_\_\_\_ %

напряжение питания \_\_\_\_\_ В

1. Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Наименование параметра	Значение параметра	
	по паспорту	действительное

2. Определение амплитуды выходного сигнала

Значение выходного сигнала	Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Значение амплитуды выходного сигнала, полученное при измерении	Минимально допустимое значение амплитуды выходного сигнала

### 3. Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала		
$t_i$	$h_i$	$S_i$	$\bar{t}$	$\bar{h}$	$\bar{S}$	$\sigma_t$	$\sigma_h$	$\sigma_S$

### 4. Определение изменения выходных сигналов за 48 ч непрерывной работы

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Значение по паспорту			Действительное значение		
$t_{ti}$	$h_{ti}$	$S_{ti}$	$\bar{t}_t$	$\bar{h}_t$	$\bar{S}_t$	$\delta_{t,t}$	$\delta_{t,h}$	$\delta_{t,S}$	$\delta_{t,t}$	$\delta_{t,h}$	$\delta_{t,S}$

### 5. Определение погрешности коэффициента деления выходного сигнала

Номинальное значение коэффициента деления	Значение напряжения $U_i$ , мВ	Показание потенциометра КСП4, мм	Погрешность коэффициента деления $\Delta M_i$ , %

### 6. Определение стабильности градуировочной характеристики

Значение	Среднее	Значение выходного	Относительное

выходного сигнала $X_i$	значение выходного сигнала $\bar{X}$	сигнала по градуировочной характеристике $X_{гр}$	изменение выходного сигнала $A$

Заключение по результатам поверки \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)

№ \_\_\_\_\_ от " \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 19\_\_ г.

Поверку проводил \_\_\_\_\_  
подпись

" \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 19\_\_ г.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3  
Справочное

### ПОЯСНЕНИЯ ТЕРМИНОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В НАСТОЯЩЕМ СТАНДАРТЕ

Типовое вещество - вещество, установленное в технической документации на хроматограф для каждой системы детектирования, по которому нормируют и определяют метрологические характеристики хроматографов и амплитуду выходного сигнала.

Контрольная смесь - смесь, приготовленная по аттестованной органами государственной метрологической службы методике (в том числе поверочная смесь, стандартный образец), содержащая типовое вещество, предназначенная для контроля метрологических характеристик.

Контрольный компонент - типовое вещество в контрольной смеси.

Градуировочная смесь - мера состава, применяемая для градуировки: стандартный образец состава; поверочная смесь; смесь, приготовленная по аттестованной методике.