



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ

**ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ  
ГАЗОВЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ**

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

**ГОСТ 8.485—83**

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

**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.  
**№ 1315**

**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

**ГОСТ  
8.485—83**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 марта 1983 г. № 1315 срок введения установлен

с 01.07.84

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.

**1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ**

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

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;

Наименование операции	Номер пункта стандарта	Обязательность прохождения 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 <sup>2</sup>
определение изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы хроматографа	3.3.2	Да <sup>1</sup>	Да	Да <sup>2</sup>
определение погрешности коэффициента деления выходного сигнала	3.3.3	Да	Да	Да <sup>2</sup>
определение стабильности градуировочной характеристики	3.3.4	Нет	Нет	Да <sup>3</sup>

- 1) Для хроматографов, подвергаемых периодическим испытаниям.  
 2) При отсутствии нормативно-технической документации на методику выполнения измерений хроматографом.  
 3) При наличии нормативно-технической документации на методику выполнения измерений хроматографом.

потенциометр типа КСП4 класса 0,5, диапазон измерений —  $0,1 \div 0,9$  мВ;

металлическая линейка класса 1 по ГОСТ 427—75;

лупа типа ЛИ-3—10Х по ГОСТ 8309—75;

микрошипциц 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.

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

1.3. При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства поверки:

бюretка типа 1—2—100—0,2 по ГОСТ 20292—74;

термометр типа ТЛ4 № 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 флюктуационных шумов нулевого сигнала и значение амплитуды выходного сигнала при заданной концентрации типового вещества.

3.2.2. Дрейф и уровень флюктуационных 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

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

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

$M_{ш}$  — коэффициент деления, при котором нормируют уровень флуктуационных шумов.

Значение амплитуды выходного сигнала  $A$  должно быть не менее минимально допускаемого значения амплитуды выходного сигнала  $A_1$ , 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% шкал 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<sup>2</sup>) контрольного компонента, определенные умножением высоты пика (мм)

на ширину пика на половине его высоты ( $s$ ) 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  $\bar{s}$  на половине его высоты по формулам

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

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

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

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

где  $n$  — число наблюдений, полученное после исключения аномальных результатов наблюдений

Определяют значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов по формулам

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

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

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

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

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

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.

**П р и м е ч а н и е.** 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  $L_t$  определяют при каждом значении коэффициента деления сигнала  $M_t$ . Средние арифметические значения показаний измерительного прибора определяют при соответствующих им значениях напряжения  $U_t$  или тока  $I_t$ .

Относительную погрешность коэффициента деления в процентах вычисляют по формулам:

при подаче напряжения

$$\Delta M_t = \left( \frac{L_1 M_1 U_t}{L_t M_t U_1} - 1 \right) 100 \quad (10)$$

при подаче тока

$$\Delta M_t = \left( \frac{L_1 M_1 I_t}{L_t M_t I_1} - 1 \right) 100. \quad (11)$$

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

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

где  $x_{rp}$  — 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 поверку 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	термоядерного
Температура, °С, в терmostатах: колонок детектора, испарителя						200±10		
	150±10					250±10		
Расход газа-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					Микрошиприц $1 \cdot 10^{-3}$		
Колонка, заполнение и обработка	Металлическая длиной 2 м, заполненная алюмогелем $A=1$ (фракция 0,25—0,5 мм), обработанным 5%-ным раствором $\text{Na}_2\text{CO}_3$		Стеклянная 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			
massовая концентрация контрольного компонента, мг/см <sup>3</sup>	$(3,5-6,0) \cdot 10^{-2}$	$(3,5-6,0) \cdot 10^{-3}$	$(4,0-5,0) \cdot 10^{-5}$		$(1,5-2,0) \cdot 10^{-2}$	$(1,5-2,0) \cdot 10^{-4}$		

## Продолжение

Условия поверки	Норма для детекторов							
	по теплопроводности	пламенно-ионизационного	электроно-захватного	постоянной скорости рекомбинации электронов	ионизационно-резонансного	пламенно фотометрического	термоионного	термоаэрозольного
объемная доля контрольного компонента, %	1,9—3,3	(1,9—3,3) · · 10 <sup>-1</sup>				—		

**ПРИЛОЖЕНИЕ 2**  
**Обязательное**

**ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_**  
**проверки 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 (°С)

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа

относительная влажность \_\_\_\_\_ %

напряжение питания \_\_\_\_\_ В

**1. Определение дрейфа и уровня флюктуационных 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 допускаемое 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		
$t_{ti}$	$h_{ti}$	$s_{ti}$	$\bar{t}_t$	$\bar{h}_t$	$\bar{s}_t$	$\delta_{tt}$	$\delta_{t,h}$	$\delta_{ts}$	$\delta_{t,t}$	$\delta_{t,h}$	$\delta_{ts}$

## 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 выходного сигнала $X_i$	Среднее значение выходного сигнала $\bar{X}$	Значение выходного сигнала по градуировочной характеристике $X_{\text{гр}}$	Относительное 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

---

Редактор *Л. А. Бурмистрова*

Технический редактор *В. Н. Малькова*

Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб. 14 04 83 Подп. к печ. 07.06.83 1,0 и. л. 0,69 уч изд. л. Тир. 10 000 Цена 5 ко

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер.,  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1215