ГОСТ 8.485-83 - документ який регламентує повірку хроматографів. ГОСТ 8.485-83 прийнятий 24 березня 1983 року постановою державного комітету СРСР із стандартів. Цей стандарт поширюється на аналітичні газові лабораторні хроматографи (далі - хроматографи) по ГОСТ 24313-80 і встановлює методи і засоби їх первинної і періодичної повірок.

**1. Операції та засоби повірки згідно ГОСТ 8.485-83**

1.1 При проведенні повірки повинні бути виконані операції, вказані в таблиці.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Назва операції | Номер пунктустандарту | Обов'язковість проведення операції при |
| випуску з виробництва | випуску з ремонту | експлуатації та зберіганні |
|  Зовнішній огляд Випробування Визначення метрологічних характеристик: визначення відносного середнього квадратичного відхилення вихідного сигналу визначення зміни вихідного сигналу за 48 год безперервної робіт хроматографа визначення похибки коефіцієнта ділення вихідного сигналу визначення стабільності градуювальної характеристики | 3.13.23.33.3.13.3.23.3.33.3.4 | ТакТакТакТак1ТакНі | ТакТакТакТакТакНі | ТакТакТак2Так2Так2Так3 |

1) Для хроматографів, що піддаються періодичним випробуванням.

2) За відсутності нормативно-технічної документації на методику виконання вимірювань хроматографом.

3) За наявності нормативно-технічної документації на методику виконання вимірювань хроматографом.

1.2 При проведенні повірки повинні бути застосовані такі засоби повірки:

* секундомір класу точності 1 по ГОСТ 5072-79;
* джерело регульованої напруги типу ІРН-64, діапазон напруг 0-100 мВ;
* джерело малих струмів типу ІТ-12: похибка ± (0.015+0,1 *Іk* / *Ix* ) % , де *Іk* - верхню межу вимірювань за шкалою; *Ix* - значення вимірюваного струму:
* цифровий вольтметр типу Ц 1513: похибка ± (0.5 ± 0.1 *Uk* / *Ux*) %, де *Uk* - верхня межа вимірів за шкалою; *Ux* - значення вимірюваної напруги;
* потенціометр типу ПП-63 класу 0,05 по ГОСТ 9245-79;
* потенціометр типу КСП4 класу 0,5 , діапазон вимірювань - 0.1÷0,9 мВ;
* металева лінійка класу точності 1 по ГОСТ 427-75;
* лупа типу ЧИ-3-10Х по ГОСТ 8309-75;
* мікрошприц типу «Газохром-101», обсяги доз 0.5∙10-3 та 1,0∙10-3 см3, похибка дозування 2%;
* суміш пропану з гелієм або азотом, діапазон об'ємної частки пропану 0,19-3,3%, похибка атестації 10%;
* ліндан (99%);
* метафос (98%);
* гексан (99%).

Зазначені засоби повірки повинні бути повірені або атестовані відповідно до ГОСТ 8.002-71 і ГОСТ 8.326-78.

Допускається застосовувати інші засоби повірки, метрологічні характеристики яких відповідають зазначеним у цьому стандарті.

1.3. При проведенні повірки застосовують такі допоміжні засоби повірки:

* бюретка типу 1-2-100-0,2 по ГОСТ 20292-74;
* термометр типу ТЛ4 № 2 по ГОСТ 215-73;
* психрометр типу ПБ-1БМ по ГОСТ 6353-52;
* газохроматографічна колонка по ГОСТ 16285-80;
* газоподібний гелій (99 - 99,5%);
* азот особливої ​​чистоти по ГОСТ 9293-74;
* технічний азот по ГОСТ 9293-74;
* технічний водень марки А по ГОСТ 3022-80;
* технічне повітря по ГОСТ 17433-80 або ГОСТ 11882-73;
* хроматон N = АW або N = АW DMCS, фракція 0,25-0,3 мм;
* рідка фаза SЕ = 30.

**2. Умови повірки і підготовка до неї згідно ГОСТ 8.485-83**

2.1. При проведенні повірки повинні бути дотримані нормальні умови по ГОСТ 24313 -80.

2.2. Перед проведенням повірки повинні бути виконані такі підготовчі роботи:

* приготування контрольних сумішей;
* підготовка колонок;
* перевірка герметичності газових ліній хроматографа.

Підготовчі роботи слід виконувати відповідно до вказівок, викладених в нормативно-технічній документації на хроматограф конкретного типу (НТД).

2.3. Вимоги безпеки - за ГОСТ 21313-80.

**3. Проведення повірки згідно ГОСТ 8.485-83**

3.1. Зовнішній огляд

При зовнішньому огляді повинно бути встановлено:

* відповідність комплектності хроматографа і номерів блоків паспортними даними:
* чіткість маркування;
* справність механізмів і кріпильних деталей.

3.2. Випробування

3.2.1. Випробування здійснюють відповідно до вимог НТД. Хроматограф включають, і після виходу на режим визначають дрейф нульового сигналу, рівень флуктуаційних шумів нульового сигналу і значення амплітуди вихідного сигналу при заданій концентрації типової речовини.

3.2.2. Дрейф і рівень флуктуаційних шумів нульового сигналу визначають при дотриманні умов, зазначених в НТД.

Встановлюють мінімальне значення коефіцієнта ділення вихідного сигналу або максимальну чутливість інтегратора і швидкість діаграмної стрічки 600 мм/год.

3.2.3. Дрейф нульового сигналу приймають рівним найбільшому зміщення нульового сигналу протягом 1 год.

3.2.4. Рівень флуктуаційних шумів нульового сигналу приймають рівним амплітуді повторюваних коливань нульового сигналу з періодом не більше 20 с.

3.2.5. Для визначення амплітуди вихідного сигналу на вхід хроматографа 5 разів подають суміш у відповідності з обов'язковим додатком 1, вимірюють 5 реалізацій вихідного сигналу за допомогою лінійки і лупи або інтегратора і визначають середнє арифметичне значення $\overline{h}$.

3.2.6. Значення амплітуди вихідного сигналу визначають за формулою:

$$A= \frac{M}{M\_{Ш }}∙ \overline{h} ,$$

де *М* - коефіцієнт розподілу, встановлений при визначенні амплітуди вихідного сигналу;

 *МШ* - коефіцієнт розподілу, при якому нормують рівень флуктуаційних шумів.

Значення амплітуди вихідного сигналу А повинно бути не менше мінімально допустимого значення амплітуди вихідного сигналу АД , яке визначають за ГОСТ 24313-80.

3.3. Визначення метрологічних характеристик.

3.3.1. Відносне середнє квадратичне відхилення вихідного сигналу визначають за умов, зазначених в обов'язковому додатку 1.

Значення коефіцієнтів розподілу вихідного сигналу встановлюють такими, при яких значення висоти хроматографічних піків, відповідних контрольному компоненту, перевищують 40% шкали потенціометра типу КСП4 або типу ЛКС.

Відносне середнє квадратичне відхилення визначають для всіх інформативних параметрів вихідного сигналу, для яких цю характеристику нормують: часу утримування, висоти і площі піку.

На вхід хроматографа 10 разів подають суміш у відповідності з обов'язковим додатком 1 та обчислюють 10 значень вихідного сигналу:

 *t1*, *t2*,…, *t10* - значення часу утримування контрольного компонента, обчислені від моменту введення суміші до моменту виходу вершини піку компонента, с;

*h1*, *h2*,…, *h10* - значення висоти піків контрольного компоненту, мм;

*S1*, *S2*,…, *S10* - значення площі піків (мм/с) контрольного компоненту, визначені множенням висоти піка (мм) на ширину піку на половині його висоти (с) або за допомогою інтегратора (умовні одиниці).

Допускається виключати анормальні результати спостереженні за ГОСТ 11.002-73. Рівень значущості приймають рівним 0,05.

Визначають середні арифметичні значення вихідних сигналів $\overline{t},\overline{ h}, \overline{S }$ і ширину піка $\overline{μ} $на половині його висоти за формулами:

$$\overline{t}= \frac{1}{n}∙\sum\_{i=1}^{n}t\_{i} ; $$

$$\overline{h}= \frac{1}{n}∙\sum\_{i=1}^{n}h\_{i} ;$$

$$ \overline{S}= \frac{1}{n}∙\sum\_{i=1}^{n}S\_{i} ; $$

$$\overline{μ}= \frac{1}{n}∙\sum\_{i=1}^{n}μ\_{i} ,$$

де n – число спостережень, отримане після виключення анормальних результатів спостережень.

 Визначають значення відносного середнього квадратичного відхилення вихідних сигналів за формулами:

$$σ\_{t}=\frac{100}{\overline{t}}∙\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}\left(t\_{i}- \overline{t}\right)^{2}}{n-1}};$$

$$σ\_{h}=\frac{100}{\overline{h}}∙\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}\left(h\_{i}- \overline{h}\right)^{2}}{n-1}};$$

$$σ\_{S}=\frac{100}{\overline{S}}∙\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}\left(S\_{i}- \overline{S}\right)^{2}}{n-1}}.$$

Отримані значення про $σ\_{t},σ\_{h},$ $σ\_{S}$ не повинні перевищувати вказаних в НТД.

3.3.2. Визначення зміни вихідного сигналу за 48 год безперервної роботи хроматографа.

Проводять операції згідно пункту 3.3.1 та визначають середні арифметичні значення інформативних параметрів вихідного сигналу.

Через 48 год безперервної роботи хроматографа знову проводять вимірювання згідно пункту 3.3.1 і визначають середині арифметичні значення інформативних параметрів вихідного сигналу.

Зміна вихідного сигналу виданню δt у відсотках за 48 год безперервної роботи хроматографа визначають за формулою:

$$δ\_{t}= \frac{\overline{x\_{t}}- \overline{x}}{\overline{x}}∙100 ,$$

де $\overline{x}$ - середні арифметичні значення інформативних параметрів вихідного сигналу.

Зміна вихідного сигналу δt за 48 годин безперервної роботи хроматографа не повинно перевищувати значення, встановленого в НТД.

3.3.3. Визначення похибки коефіцієнта ділення вихідного сигналу

До входу підсилювача або пристрою переключення коефіцієнтів розподілу вихідного сигналу замість детектора підключають джерело струму типу ІТ-12 або напруги типу ІРН-64. До виходу підсилювача або пристрою переключення коефіцієнтів розподілу сигналу підключають вимірювальний прилад типу КСП4 або типу ПП-63. Встановлюють мінімальний коефіцієнт розподілу сигналу *М1.*

На вхід підсилювача або пристрою переключення коефіцієнтів ділення сигналу подають відповідно струм *І1* або напругу *U1* і реєструють покази вимірювального приладу *L1,1.*

Коефіцієнт розподілу змінюють на короткий час і потім повертають його до вихідного значення. Реєструють покази вимірювального приладу *L1,2* Операцію повторюють п'ять разів і потім визначають середнє арифметичне значення показів вимірювального приладу $\overline{L}$.

Значення *Li* визначають при кожному значенні коефіцієнта ділення сигналу *Мi*. Середні арифметичні значення показів вимірювального приладу визначають при відповідних значеннях напруги *Uі*  або струму *Іі* .

Відносну похибку коефіцієнта ділення у відсотках обчислюють за формулами:

при подачі напруги

$$∆M\_{i}= \left(\frac{L\_{1}M\_{1}U\_{i}}{L\_{i}M\_{i}U\_{1}}-1\right)∙100$$

при подачі струму

$$∆M\_{i}= \left(\frac{L\_{1}M\_{1}I\_{i}}{L\_{i}M\_{i}I\_{1}}-1\right)∙100.$$

Отримане знамення $∆M\_{i} $не повинне перевищувати зазначене в НТД.

3.3.4. Визначення стабільності градуювальної характеристики

На вхід хроматографа 10 разів подають градуювальну суміш, зазначену в НТД на методику виконання вимірювань, з концентрацією *С* аналізованого компонента, відповідної початкового значення діапазону вимірювань, і обчислюють значення вихідного сигналу *хі*. Значення концентрацій компонентів у градуювальної суміші повинні відповідати значенням, вказаним в НТД на методику виконання вимірювань. Похибка вимірювань концентрації в суміші повинна також відповідати вимогам НТД.

Обчислюють середнє арифметичне значення $\overline{x}$ і значення відносної зміни вихідного сигналу *А* за формулою:

$$A= \left[\frac{\overline{x}- x \_{гр}}{x \_{гр}}\right],$$

де $x \_{гр}$ - значення вихідного сигналу, відповідне до градуювальної характеристики концентрації *С* аналізованого компонента.

Значення *А* не повинне перевищувати більш ніж в 1,4 рази похибки градуювання, встановленої в НТД. Якщо значення *А* перевищує зазначене, то проводять перевірку хроматографа згідно пунктів 3.3.1-3.3.3.

**4.Оформлення результатів повірки згідно ГОСТ 8.485-83**

4.1. Результати повірки хроматографа заносять в протокол додаток 2.

4.2. Результати повірки хроматографа з двома і більше детекторами заносять в окремі протоколи для хроматографа з кожним з детекторів.

4.3. Позитивні результати державної первинної повірки оформлюють записом у паспорті, засвідченої підписом повірника, і опломбують кріпильні гвинти на корпусах блоків приладу.

4.4 Позитивні результати державної періодичної повірки оформлюють видачею свідоцтва встановленої форми і знову опломбують кріпильні гвинти на корпусах блоків хроматографа.

4.5. Хроматографи, які не задовольняють вимоги цього стандарту, до випуску в обіг та використання не допускаються і на них видають повідомлення із зазначенням причин непридатності.