

71

УТВЕРЖДАЮ  
НАЧАЛЬНИК 32 ГНИИИ МО РФ  
В. Н. Храменков  
«10» декабря 1997 г.

Хромато-масс-спектрометры QP 5000  
фирмы "SHIMADZU CORPORATION", Япония

ИНСТРУКЦИЯ ПО ПОВЕРКЕ

г. Москва  
1997 г.

Настоящая Инструкция распространяется на хромато-масс-спектрометры QP 5000 фирмы "SHIMADZU CORPORATION", Япония и устанавливает методы и средства их поверки.

Хромато-масс-спектрометры подлежат первичной (перед вводом в эксплуатацию) и периодической поверке.

Межповерочный интервал - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

N	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
2.	Проверка сопротивления изоляции.	6.2	нет	да
3.	Испытание изоляции на прочность.	6.3	нет	да
4.	Подготовка к поверке.	6.4	да	да
5.	Опробование.	6.5	да	да
6.	Определение метрологических характеристик.	6.6	да	да

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Перфторбутиламин, ТУ 6-02-2-618-80 (либо перфтортрибутиламин - ГС 43).

Контрольный раствор гексахлорбензола в гексане, приготавливаемый согласно Приложению к настоящим методическим указаниям (массовая концентрация гексахлорбензола 1,0 мкг/дм<sup>3</sup>).

Допустимо применение контрольных растворов, входящего в комплект поставки прибора.

Мегоомметр, номинальное напряжение 500 В, класс точности 1, типа М1101.

Установка для проверки электрической прочности изоляции, мощность 0.25 кВ А, выходное напряжение 1500 В, частота 50 Гц, типа УПО-3000.

## 3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 15 . . . 25;
- атмосферное давление, кПа 84 . . . 107;
- относительная влажность воздуха, % 30 . . . 80;
- напряжение питания переменного тока, В 215 . . . 230;
- частота переменного тока, Гц 49 . . . 51.

4.2 Перед проведением поверки хромато-масс-спектрометр следует прогреть в течении не менее двух часов.

4.3. Установка и подготовка прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

#### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на приборы.

Должны соблюдаться "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г.

#### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с хромато-масс-спектрометрическими средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора; обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г.

#### 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

##### 6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации (на русском языке);
- соответствие комплектности прибора спецификации;
- отсутствие механических повреждений корпусов блоков;
- целостность показывающих приборов;
- правильность размещения хромато-масс-спектрометра на рабочей поверхности стола (согласно руководства по эксплуатации).

##### 6.2. Проверка сопротивления изоляции.

Проверка сопротивления изоляции первичных электрических цепей проводится с помощью мегомметра типа М1101 на 500 В, подключенного между контактом заземления и каждым контактом вилки. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если его сопротивление изоляции не менее 10 МОм.

##### 6.3. Испытание изоляции на электрическую прочность.

Испытание изоляции на электрическую прочность проводят с использованием установки типа УПО-3000. Между закороченными контактами сетевой вилки и контактом заземления прикладывают испытательное напряжение 1.5 кВ в течении 1 минуты. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если не произошло электрического пробоя поверхностного перекрытия.

##### 6.4. Подготовка к поверке.

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора от сети переменного тока;
- осуществить прогрев прибора в соответствии с техническим описанием на прибор.

##### 6.5. Опробование.

При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

6.5.1. Проведено тестирование работы прибора в соответствии руководством по эксплуатации. Прибор допускается к дальнейшему проведению работ по поверке если результаты тестирования положительные.

6.5.2. Провести полное тестирование работы прибора в соответствии с разделом руководства "Тестирование". Прибор допускается к дальнейшему проведению работ по поверке если все результаты тестирования положительные.

6.5.3. Автоподстройку проводят в соответствии с технической документацией на прибор. Результаты автоподстройки - шесть характерных масс, используемого для подстройки массовых чисел перфтортрибутиламина должны соответствовать значениям 69, 131, 264, 414, 464, 502 и 614 m/z с точностью до 0,1 АЕМ. В режиме автоподстройки прибора устанавливают параметры хромато-масс-спектрометра на максимальную чувствительность.

#### 6.6. Определение метрологических характеристик

##### 6.6.1. Определение разрешения.

Подсоединяют колбу с перфторбутиламином (FC 43) к устройству прямого ввода проб в источник ионов ХМС.

Осуществляют напуск перфтортрибутиламина в источник и регистрируют масс-спектр (режим ионизации электронным ударом при максимальной интенсивности характерных пиков).

Измеряют ширину пиков (в мм) с M/z 69 и 502 на уровне, соответствующем 10 % высоты. (Пики с M/z 70 и 503 должны быть зарегистрированы; перекрывание пиков допускается на уровне не превышающем 10 % от высоты пиков с M/z 69 и 502).

Определяют масштаб шкалы масс по распечатке и находят значения ширины пика в а.е.м..

Прибор считается выдержавшим поверку, если измеренные значения ширины пиков не превышают паспортных данных.

##### 6.6.2. Определение чувствительности.

Устанавливают (согласно руководству по эксплуатации) режим ионизации электронным ударом, интервал сканирования от 45 до 350 а.е.м., время сканирования 1 с.

С помощью шприца вместимостью 1 мкл вводят в капиллярную хроматографическую колонку 1,0 мкл контрольного раствора гексахлорбензола в гексане. Ввод пробы осуществляют в режиме "без деления потока" при температуре испарителя 250 °С. Режим программирования температуры: 60 °С -1 мин, конечная температура 250 °С - 5 мин, скорость нагрева 15 °С /мин. Расход газа-носителя (гелия марки Б, ТУ 51-940-80) от 30 до 40 см<sup>3</sup>/с. Колонка J&W DB-5MS длиной 30 м и внутренним диаметром 0,25 мм, толщина плёнки фазы 0,25 мм или аналогичная.

С помощью системы обработки данных определяют ширину хроматографического пика на полувысоте и отношение сигнал/шум по масс-хроматограмме на молекулярном ионе с M/z 286.

Прибор считается выдержавшим поверку, если измеренные значения отношения сигнал/шум не менее чем 10 : 1.

##### 6.5.3. Определение стабильности шкалы масс.

Регистрируют масс-спектр перфторбутиламина, выполнив операции аналогично пп.6.2.1 и 6.2.2. (Перед определением ХМС должен находиться в рабочем состоянии не менее часа).

Определяют с погрешностью +/- 0,1 а.е.м. пики с M/z 69 по 502.

Определение погрешности проводят ещё не менее четырёх раз с интервалом 30 мин.

Отклонения значений масс наблюдаемых пиков от первоначальных не должно превышать 0,1 а.е.м.

#### 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки хромато-масс-спектрометра составляется протокол результатов измерений, в котором указывается его соответствие предъявляемым требованиям.

7.2. Хромато-масс-спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей Инструкции, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

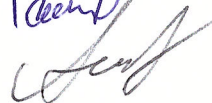
7.3. На прибор, признанный непригодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

Начальник отдела 32 ГНИИИ МО РФ



С.С.Калинин

Зам.начальника отдела 32 ГНИИИ МО РФ



А.И.Челенков

Ведущий научный сотрудник  
ГП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

М.А.Гершун