


УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ЦИИ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



«25.09.2010»

**ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ МОДЕЛЕЙ
GCMS-QP2010Ultra и GCMS-QP2010SE
Методика поверки
МП 203-0100-2010**

Санкт-Петербург
2010 г.

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры моделей GCMS-QP2010Ultra и GCMS-QP2010SE фирмы "SHIMADZU", Япония, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Поверка хромато-масс-спектрометров в условиях эксплуатации может быть проведена в соответствии с Рекомендацией МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации».

В случае оснащения газового хроматографа GC-2010Plus, входящего в состав хромато-масс-спектрометров GCMS-QP2010Ultra и GCMS-QP2010SE, одним из детекторов, работающих при атмосферном давлении, поверка хроматографа осуществляется в соответствии с методикой «Хроматографы газовые GC-14B, GC-17Av3, GCMS-QP5000/5050A, GC-2010, GC-2010Plus, GC-2014, GCMS-QP2010, GCMS-QP2010S, GCMS-QP2010Plus. Методика поверки», согласованной ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева" в декабре 2009 г.

Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательное проведение операции при	
		вводе в эксплуатацию и после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	3.1.	да	да
Проверка комплектности		да	да
Опробование:	3.2.	да	да
- определение отношения сигнал/шум	3.2.1	да	да
-определение разрешающей способности	3.2.2	да	да
Определение метрологических характеристик:	3.3.	да	да
- определение нестабильности шкалы масс	3.3.1.	да	да

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

- микрошприц с номинальным объемом дозы от 1 до 10 мкл, погрешностью дозирования не более 5 %;
- хроматографическая капиллярная колонка с неподвижной фазой типа поли(5%дифенил/95%диметил)силоксан, обеспечивающая проведение хромато-масс-спектрометрического анализа поверочных растворов (допускается применение других колонок, обеспечивающих необходимое разделение);
- поверочные растворы гексахлорбензола или бензофенона, приготовленные в соответствии с приложением А к настоящей методике.

1.3. При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства поверки:

- термометр типа ТЛ4 № 2 по ГОСТ 215-79;
- психрометр типа ПГ-1БМ по ГОСТ 6353-52;
- барометр-анероид БАММ-1 ТУ 25-04-1618-72;
- гелий газообразный марки А ТУ 51-940-80;
- перфтортретбутиламин по ТУ 6-02-2-618-80 (PFTBA);
- гексахлорбензол ГСО 7495-98; 5213-90;

- бензофенон с содержанием 99 %, ТУ 6-09-422-84 (используется для определения отношения сигнал/шум при работе хромато-масс-спектрометра только в режиме химической ионизации с образованием положительно заряженных ионов (PCI)).

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей методике.

2. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 18 до 28
- атмосферное давление, кПа 84 - 107
- относительная влажность воздуха, % 40 - 70
- напряжение переменного тока, В 220^{+15}_{-10}
- частота сети, Гц 50 ± 1
- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля должны

быть исключены

2.2. Для проведения поверки выбирают параметры в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Наименование параметра	Значение параметра
Температура термостатов колонок: Тнач 80 °C (2 мин) 20 градус/мин - 250 °C (15 мин). Ввод пробы в режиме Splitless (0.75 мин).	не менее 150
Температура интерфейса, °C	250
Температура ионного источника, °C	200
Напряжение на детекторе, кВ, не более	1,5
Задержка включения филаментов на время выхода растворителя, мин	5
Поверочный раствор гексахлорбензола в гексане (изооктане), массовая концентрация гексахлорбензола, нг/см ³	100
Объем дозы, см ³	$1 \cdot 10^{-3}$
Поверочный раствор бензофенона в гексане (изооктане), массовая концентрация бензофенона, нг/см ³	100
Объем дозы, см ³	$1 \cdot 10^{-3}$

2.3. Подготовительные работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации. Перед поверкой проводят кондиционирование колонки.

2.4. Поверочные растворы приготавливают в соответствии с методикой, приведенной в приложении А.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

3.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа упаковочным листам (спецификации);
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

Не допускаются дефекты, которые могут повлиять на работоспособность прибора.

3.2. Опробование

При опробовании используют газ-носитель гелий.

Все подключения, задание режимов работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации.

При опробовании определяют отношение сигнал/шум и разрешающую способность прибора.

3.2.1. Определение отношения сигнал/шум

Определение отношения сигнал/шум выполняют при дозировании 1 - 2 мкл (см. таблицу 1 приложения В) поверочного раствора гексахлорбензола в гексане (изооктане) (таблица 2). Отношения сигнал/шум непосредственно определяют с помощью специальной подпрограммы, встроенной в систему обработки данных.

Результаты определения признают положительными, если полученное значение не менее указанного в Приложении В.

3.2.2. Определение разрешающей способности

Определение разрешающей способности выполняют, проводя автоматическую настройку масс-селективного детектора согласно процедуре «Калибровка по массе» ("Mass Calibration") по перфтортретбутиламину (ПФТВА).

Измеряют ширину пиков (в усл.ед.) с M/z 69, 219 и 502 на уровне, соответствующем 50 % высоты (пики с M/z 70, 220 и 503 должны быть зарегистрированы; перекрытие пиков допускается на уровне, не превышающем 10 % от высоты пиков с M/z 69, 220 и 502).

Результаты определения признают положительными, если полученные значения ширины пиков не превышают указанных в Приложении В.

Определяют соотношение между высотами пиков, принимая высоту пика с m/z 69 за 100%:

высота пика m/z 69 должен быть 100 %;

высота пика m/z 219 должен быть в интервале (50 ± 15) % по отношению к m/z 69;

высота пика m/z 502 должен быть > 2 % по отношению к m/z 69.

3.3. Определение нестабильности шкалы масс.

Регистрируют масс-спектр перфтортретбутиламина. Для этого осуществляют напуск ПФТВА в источник ионов хромато-масс-спектрометра, открыв колбу с перфтортретбутиламином, и регистрируют масс-спектр (режим ионизации электронным ударом при максимальной интенсивности характерных пиков). Регистрируют спектр не менее 5-ти раз с интервалом в 1 час и с погрешностью $\pm 0,1$ а.е.м. фиксируют значения масс, находящиеся вблизи пиков 69 а.е.м и 502 а.е.м. (Температура воздуха в помещении не должна за время измерений изменяться более чем на 5 °С).

Результаты определения нестабильности шкалы масс признают положительными, если отклонение значений масс наблюдаемых пиков в течение 4 часов от первоначальных не превысит 0,5 а.е.м. (Приложение В).

4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. Результаты поверки хромато-масс-спектрометра заносят в протокол по форме приложения Б.

4.2. Результаты поверки хромато-масс-спектрометра оснащенного детекторами, работающими при атмосферном давлении, заносят в отдельные протоколы для хромато-масс-спектрометра и хроматографа с каждым из детекторов.

4.3. Положительные результаты поверки хромато-масс-спектрометра оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

4.4. Хромато-масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к эксплуатации не допускают, изымают из обращения, аннулируют свидетельство о поверке и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Руководитель отдела испытаний

О.В.Тудоровская

Методика приготовления поверочных растворов

Содержание контрольного компонента в поверочном растворе составляет 100 нг/см³. Относительная погрешность приготовления растворов не превышает 5 %.

1. Средства измерений, материалы и реактивы.

Пипетки 1-1-2-1 ГОСТ 29227-91;

Колбы мерные 2-100-2 ГОСТ 1770-74;

Весы лабораторные 2 кл. по ГОСТ 24104-2001, верхний предел взвешивания 200 г;

Гексахлорбензол ГСО 7495-98;

Бензофенон с содержанием 99%, ТУ 6-09-422-84

Н-гексан "ХЧ"» ТУ 2631-005-45579693-2001 (99,6 %);

Изооктан "ХЧ" ТУ 2631-008-45579693-2002 (99,65 %).

2. Процедура приготовления поверочных растворов

2.1. Растворы с массовой концентрацией 1 мг/см³ приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_i) определяют по формуле:

$$C_0 = m_i / V, \quad \text{А1}$$

где: m_i - масса контрольного компонента, мг;

V - объем приготовленной смеси, см³.

2.2. Исходные вещества, используемые для приготовления растворов, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

2.3. Температура окружающей среды при приготовлении растворов не должна изменяться более, чем на 4°С.

2.4. Определяют массу m_1 мерной колбы вместимостью 100 мл. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

2.5. В мерную колбу вносят около 100 мг контрольного компонента и вновь взвешивают колбу (m_2).

2.6. Вычисляют массу контрольного компонента (m) в мг.

$$m_i = m_2 - m_1 \quad \text{А2}$$

2.7. В колбу с контрольным компонентом вводят от 20 до 25 см³ растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см³. Тщательно перемешивают раствор.

2.8. Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по п. 2.1.

2.9. Растворы с массовой концентрацией контрольного компонента менее 1 мг/см³ приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов согласно процедуре, описанной ниже.

2.9.1. Растворы с массовой концентрацией 10 мкг/см³ готовят следующим образом. В колбу на 100 см³ вносят 1 см³ раствора с концентрацией 1 мг/см³, вводят от 20 до 25 см³ растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см³. Тщательно перемешивают раствор.

2.9.2. Растворы с массовой концентрацией 100 нг/см³ готовят следующим образом. В колбу на 100 см³ вносят 1 см³ раствора с концентрацией 10 мкг/см³, вводят от 20 до 25 см³ растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см³. Тщательно перемешивают раствор.

3. Хранение поверочных растворов.

3.1. Раствор хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 до 8 °С.

Перед введением в хромато-масс-спектрометр растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 1 часа. Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол первичной (периодической) поверки № _____ от _____ хромато-масс-спектрометра, принадлежащего _____

Поверка проводится в соответствии с методикой МП 203-0100-2010, утвержденной ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в октябре 2010 г.

Исполнение хромато-масс-спектрометра _____

Год выпуска _____

Заводской номер _____

Конфигурация хромато-масс-спектрометра, номера блоков _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха	°С
Атмосферное давление	кПа
Относительная влажность	%
Напряжение питания	В

Средства поверки: _____

Результаты опробования:

Отношение сигнал/шум _____

Разрешающая способность _____

Результаты определения метрологических характеристик:

1. Определение стабильности шкалы масс

Номер измерения										Наибольшее отклонение		
1		2		3		4		5		Норма	X _{max} - X _{min}	Y _{max} - Y _{min}
X ₁	Y ₁	X ₂	Y ₁	X ₃	Y ₁	X ₄	Y ₁	X ₅	Y ₅			
										0,5 а.е.м.		

Заключение по результатам поверки:

Поверитель: