

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ООО «Аналит Продактс»


Г.И.Краева
«_15_» мая 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д. И.
Менделеева»

Н.И.Ханов
«_15_» мая 2014 г.

**ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ
МОДЕЛЕЙ GCMS-TQ8030 и GCMS-TQ8040
Методика поверки
МП 203-170-2014**

н.р. 60576-15

Санкт-Петербург
2014 г.

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры моделей GCMS-TQ8030 и GCMS-TQ8040, изготовленные «Shimadzu corporation», Япония, и «Shimadzu USA Manufacturing Inc.», США, (далее – спектрометры) и устанавливает методику их 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».

Интервал между поверками - 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
Внешний осмотр	3.1.
Проверка комплектности	3.2.
Опробование:	
- определение отношения сигнал/шум	3.2.1
-определение разрешающей способности	3.2.2
- определение стабильности шкалы масс	3.2.3

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. Например, Rtx-5, 30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм (допускается применение других колонок, обеспечивающих необходимое разделение);
- поверочные растворы гексахлорбензола, приготовленные из ГСО 9106-2008 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;
- аргон газообразный ВЧ ГОСТ/ТУ: ТУ 6-21-12-94
- перфтортретбутиламин по ТУ 6-02-2-618-80 (PFTBA);
- гексахлорбензол ГСО 9106-2008.;

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, °С | от 18 до 25 |
| - атмосферное давление, кПа | 84 - 107 |
| - относительная влажность воздуха, % | 40 - 70 |
| - напряжение переменного тока, В | от 215 до 230 |
| - частота сети, Гц | 50 ± 1 |

- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) должны быть исключены

2.2. Для проведения поверки выбирают параметры в соответствии с таблицами 2 и 3.
Таблица 2. Условия для проверки соотношения сигнал/шум

Наименование параметра	Значение параметра
Температура испарителя °С	250
Температура интерфейса МСД °С	250
Температура ионного источника °С	200
Температура термостата колонок:	$T_{нач}$ 50 °С (1 мин) 40 градус/мин - 200 °С (0 мин) – 15 градус/мин – 280 °С
Ввод пробы в режиме	Splitless
Объем дозируемой пробы	1 мкл
Поверочный раствор гексахлорбензола в гексане (изооктане), массовая концентрация гексахлорбензола, нг/см ³	100
Задержка включения филамента на время выхода растворителя, мин	3
При регистрации сигнала в режиме мониторинга множественных реакций (MRM):	
- родительский ион (precursor ion) m/z	283,8
- дочерний ион (product ion) m/z	213,8
-энергия ионизации (CE)	28

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

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.

3.3 Определение метрологических характеристик.

3.3.1. Определение отношения сигнал/шум

Определение отношения сигнал/шум выполняют при дозировании поверочного раствора гексахлорбензола в гексане с массовой концентрацией 100 нг/см³

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.

3.3.2. Определение разрешающей способности

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

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.

3.3. Определение нестабильности шкалы масс.

Регистрируют масс-спектр перфтортретбутиламина. Для этого осуществляют напуск PFTBA 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 0,1 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



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 градуированные вместимостью 1 см³ ГОСТ 29227-91;

Колбы мерные 2-100-2 объемом 100 см³ ГОСТ 1770-74;

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

Гексахлорбензол ГСО 9106-2008;

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

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

2. Процедура приготовления поверочных растворов

2.1. Растворы с массовой концентрацией 1 мг/см³ приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_0) 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.

Форма протокола поверки

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

Поверка проводится в соответствии с методикой МП 203-170-2014, утвержденной ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в мае 2014 г.

Модель хромато-масс-спектрометра _____

Год выпуска _____

Заводской номер _____

Конфигурация хромато-масс-спектрометра, номера блоков _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха

Атмосферное давление

Относительная влажность

Напряжение питания

Средства поверки: _____ (номер партии, срок годности ГСО _____)

Результаты опробования:

Отношение сигнал/шум _____

Разрешающая способность _____

Результаты определения метрологических характеристик: 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: