



**УТВЕРЖДАЮ**  
Директор ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

30 сентября 2016 г.

Хромато-масс-спектрометры газовые  
GCMS-QP2020  
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП-242-2018-2016

Руководитель отдела  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на хромато-масс-спектрометры газовые – GCMS-QP2020 (далее — хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками 1 год.

## 1. Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1- Операции поверки

N п/ п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность Проведения	
			до ввода в эксплуатацию и после ремонта	в эксплуатации
1.	Подготовка к поверке	5	да	да
2.	Внешний осмотр и опробование	6.1	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.3	да	да

## 2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки используются следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, вещества:

Средства измерений:

- весы лабораторные высокой точности по ГОСТ 53228 с максимальной нагрузкой 20 или 200 г;
- микрошприцы «Газохром –101», объемом  $1 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 25.05-2152-75<sup>1</sup>;
- микрошприцы МШ-10М, объемом  $10 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 2.833.106<sup>1</sup>;
- колбы мерные типа 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 (ГОСТ 1770-74);
- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2 6-2-5 (ГОСТ 29227-91);

Стандартные образцы для приготовления поверочных растворов:

- стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 9106-2008;
- стандартный образец бензофенона ГСО 7894-2001.

Растворитель:

- гексан-н кв. не ниже «хч» по ТУ 2631-158-44493179-13.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО, растворители, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

## 3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хромато-масс-спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих хромато-масс-спектрометр (под контролем поверителя).

<sup>1</sup> допускается применение шприцов других производителей с аналогичными параметрами.

#### 4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 4.1. Температура окружающего воздуха от плюс 18 до плюс 25°C.
- 4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°C) не более 70%.
- 4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.
- 4.4. Напряжение питания 230±5%, В В.
- 4.5. Частота переменного тока 50 ±1 Гц.

#### 5. Подготовка к поверке

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- приготовлены поверочные растворы согласно указаниям п. 6.3.3.2 и 6.3.4.1 настоящей методики;
- проведена проверка герметичности газовых линий хромато-масс-спектрометра согласно РЭ.

#### 6. Проведение поверки

##### 6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность показывающих приборов;
- четкость маркировки.

6.1.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

##### 6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Подтверждение соответствия программного обеспечения заключается в проверке номера версии программного обеспечения.

6.2.1.1. Проверка номера осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» (Помощь). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» (О программе), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном «About» с номером версии программного обеспечения приведена на рисунке 1.

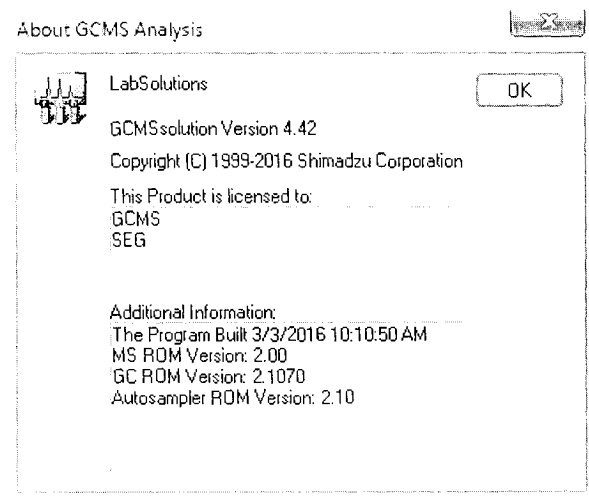


Рисунок 1 – Окно «About» (О программе)

6.2.1.2. Хромато-масс-спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии ПО не ниже 4.30.

### 6.3. Определение метрологических характеристик

#### 6.3.1. Определение выполняется при параметрах прибора, указанных в таблице 2.

Таблица 2- Параметры прибора

Параметр	Ионизация		
	Электронный удар	Положительная химическая	Отрицательная химическая
Газ-носитель	Гелий		
Режим потока газа	Постоянный поток		
Расход газа-носителя	50 мл/мин		
Температурная программа термостата колонки	Для режима «электронный удар» и «отрицательная химическая ионизация»: 50 °С - 1 мин, нагрев до температуры 200 °С со скоростью нагрева 40 °С/мин, затем нагрев от температуры 200°С до температуры 250 °С со скоростью нагрева 15 °С/мин Для режима «положительная химическая ионизация»: 80 °С - 2 мин, нагрев до температуры 280 °С со скоростью нагрева 30 °С/мин, затем выдержка при температуре 280 °С в течение 5 мин		
Температура испарителя	250 °С		
Режим работы испарителя	Splitless		
Температура источника	200 °С		
Температура интерфейса	250 °С		
Газ-реагент	-	Метан, изо-бутан	
Давление газа-реагента	-	Изо-бутан 80 кПа (0, 75 bar) Метан 300 кПа	
Режим работы масс-спектрометра (Scan Type)	Scan		
Диапазон сканирования m/z	От 200 до 300	От 100 до 250	От 200 до 300
Время сканирования (Scan time)	200 мс	600 мс	200 мс
Используемая хроматографическая колонка:	Rtx-5MS (30 м/0,25мм/0,25мкм)		

- время отсечки растворителя (solvent cut time) – 3 минуты;
- выбор области шума – ручной; на плоской части линии шума не имеющей выбросов.
- область шума – не более 0,5 минуты;
- алгоритм расчета шума – RMS;
- сигнал – высота пика;
- для источников ионов с химической ионизацией определение проводится с одним газом-реагентом, используемым в текущий период эксплуатации прибора.
- объем вводимой пробы – 1 мм<sup>3</sup>.

6.3.2. Основной порядок действий с программным обеспечением прибора указан в приложении Б к настоящей методике.

### 6.3.3. Определение отношения сигнал/шум

6.3.3.1 Определение отношения сигнал/шум проводится после прогрева прибора и проведения автоматической настройки МСД.

6.3.3.2. Для определения отношения сигнал/шум используются следующие поверочные растворы:

- гексахлорбензол в гексане 10 пг/мкл. Используется для детектора с источником ионизации электронным ударом и источником с отрицательной химической ионизацией.
- бензофенон в гексане 100 пг/мкл. Используется для детектора с источником с положительной химической ионизацией.

Методика приготовления поверочных растворов приведена в приложении А.

6.3.3.3. Ввести пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать автодозатор) сохранить файл результата измерения. При использовании программы обработки результатов GCMSsolution postrun с помощью команд Tools⇒Calculate S/N определить отношение сигнал/шум:

- по иону m/z 284 для гексахлорбензола;
- по иону m/z 183 для бензофенона.

Результат определения будет выведен в таблице на экране. Порядок действий при определении указан в приложении Б к настоящей методике.

6.3.3.4. Действия, указанные в п. 6.3.3.3, выполнить еще 2 раза.

6.3.3.5. За значение отношения сигнал/шум принимают наименьшее значение из ряда значений, полученных при выполнении п. 6.3.3.3 и п. 6.3.3.4.

6.3.3.6. Результаты проверки по п.6.3.3 считаются положительными, если отношение сигнал/шум, определенное в п. 6.3.3.5, не менее указанного в таблице 3.

Таблица 3- Наименьшее допускаемое отношение сигнал/шум.

№п/п	Источник ионов	Наименьшее допускаемое отношение сигнал/шум (контрольное вещество, масса пробы)
1	Электронный удар	500 (гексахлорбензол, 10 пг)
2	Положительная химическая ионизация (газ реагент метан)	300 (бензофенон, 100 пг),
3	Положительная химическая ионизация (газ реагент изо-бутан)	300 (бензофенон, 100 пг),
4	Отрицательная химическая ионизация (газ реагент метан)	2000 (гексахлорбензол, 10 пг)
5	Отрицательная химическая ионизация (газ реагент изо-бутан)	2000 (гексахлорбензол, 10 пг)

6.3.4. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.4.1. Определение СКО проводят по следующим поверочным растворам:

- гексахлорбензол в гексане с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 пг/мкл. Используется для детектора с источником ионизации электронным ударом и с источником с отрицательной химической ионизацией (газ реагент метан или изо-бутан).
- бензофенон в гексане с массовой концентрацией бензофенона 100 пг/мкл. Используется для детектора с источником с отрицательной химической ионизацией (газ реагент метан или изо-бутан).

Методика приготовления поверочных растворов приведена в приложении А.

6.3.4.2. Параметры прибора при которых проводится определение указаны в п. 6.3.1.

6.3.4.3. Ввести пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать автодозатор), зафиксировать время удерживания и площадь пика контрольного вещества, соответствующего источнику ионизации. Повторить операцию несколько раз до получения пяти достоверных измерений. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21 и ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений. С помощью программного обеспечения результаты измерений записать в виде файлов.

6.3.4.4. С помощью программного обеспечения прибора или таблиц EXCEL вычислить относительное СКО выходного сигнала по площади пика и времени удерживания.

6.3.4.5. Возможно провести расчет с помощью СКО вручную по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}}, \% \quad (1)$$

где:  $N$  – среднее арифметическое результатов  $n$ - измерений;

$N_k$  –  $k$ -е значение результата измерений;

$n$  – число измерений.

6.3.4.6. Результаты испытаний по п.6.3.4 считают положительными, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 7,0 % по площади пика и 0,4 % по времени удерживания для источников ионов с электронным ударом и с отрицательной химической ионизации и 10 % по площади пика и 0,4 % по времени удерживания для источника ионов с положительной химической ионизацией.

## 7. Оформление результатов поверки

7.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении В.

7.2. Хромато-масс-спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Хромато-масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

Методика приготовления поверочных растворов

1. Средства измерений, материалы и реактивы

- 1.1. Стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 9106-2008.
- 1.2. Стандартный образец бензофенона ГСО 7894-2001.
- 1.3. Гексан кв. «хч» по ТУ 2631-158-44493179-13.
- 1.4. Весы аналитические, специального класса точности, с пределом взвешивания от 20 до 210 г, погрешность взвешивания  $\pm 0,0005$  г.
- 1.5. Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup> с притертой пробкой 2-ого класса точности по ГОСТ 1770-74.
- 1.6. Пипетки вместимостью 1,0 и 10,0 см<sup>3</sup> 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.

2. Процедура приготовления поверочных растворов

- 2.1. Приготовление раствора 10 мг/л (раствор «А»)
  - 2.1.1 Раствор готовят объемно-весовым способом.
  - 2.1.2. На аналитических весах взвешивают 10 мг гексахлорбензола (или бензофенона).
  - 2.1.3 Навеску переносят в колбу вместимостью 1000 мл (2 кл., ГОСТ 1770) заполненную приблизительно на 700 мл гексаном.
  - 2.1.4. Доводят объём смеси в колбе до метки гексаном.
  - 2.1.5. Полученный раствор «А» имеет массовую концентрацию контрольного вещества 10 мг/л.
  - 2.1.6. Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л гексахлорбензола используется для приготовления поверочных растворов 10 мкг/л (10 пг/мм<sup>3</sup>) и 100 мкг/л методом последовательного объемного разбавления гексаном (при необходимости в два этапа).
  - 2.1.7. Количество растворителя, необходимое для получения раствора требуемой концентрации, вычисляют используя следующую формулу:

$$C_{li} = C_{oi} \cdot \frac{V_{oi}}{V_{\kappa}}, \quad (A.1)$$

- где:  $C_{oi}$  - действительное значение концентрации компонента в растворе, используемом в качестве исходного для разбавления мг/дм<sup>3</sup>.
- $V_{oi}$  - объем раствора, используемом в качестве исходного для разбавления.
- $V_{\kappa}$  - общий объем приготовленного раствора (1000 см<sup>3</sup>).
- $C_{li}$  - расчетная (требуемая) концентрация компонента в поверочном растворе.

Основной порядок действий при работе с программой GCMSsolution real time:

1. Открыть метод (или создать метод при его отсутствии)
2. Заполнить окно паспорта пробы
3. Установить образец в автодозатор (или подготовить шприц с пробой)
4. Нажать кнопку «Start».
5. После окончания измерений сохранить результат в файле.
6. Для расчета отношения сигнал шум открыть файл с результатом измерения в программе обработки GCMSsolution post run и использовать для расчетов встроенный в программу калькулятор (Tools⇒Calculate S/N ).
7. Для расчета СКО выходного сигнала использовать электронные таблицы EXCEL или программное обеспечение к прибору.



**ПРОТОКОЛ**  
Хромато-масс-спектрометр газовый GCMS-QP2020  
ЗАВ.№ \_\_\_\_\_

Принадлежит \_\_\_\_\_ ИНН \_\_\_\_\_

Поверка проведена по  
Методике поверки \_\_\_\_\_

Средства поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки \_\_\_\_\_

Температура окружающего воздуха, °С

Относительная влажность окружающего воздуха

Атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр \_\_\_\_\_

Опробование \_\_\_\_\_

Проверка соответствия ПО \_\_\_\_\_

**Определение отношения сигнал/шум**

№ измерения	Результат определения предела отношения сигнал/шум	Допускаемое значение отношения сигнал/шум, не менее
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

**Определение относительного СКО выходного сигнала (S<sub>r</sub>)**

№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Результаты расчета относительного СКО выходного сигнала (по площади пика)

Допускаемое значение ( $S_r$ ), %, не более	Результат определения значения ( $S_r$ ), %

Результаты расчета относительного СКО выходного сигнала (по времени удерживания)

Допускаемое значение ( $S_r$ ), %, не более	Результат определения значения ( $S_r$ ), %

Вывод \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_