



Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры GCMS-TQ8050, фирмы «SHIMADZU CORPORATION.», Япония, «SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING INC.», США, (далее – хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	4.1	Да	Да
Опробование:	4.2		
- определение отношения сигнал/шум	4.2.1	Да	Да <sup>1)</sup>
Определение метрологических характеристик:	4.3		
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>
-определение показателей точности результатов измерений	4.3.2	Нет	Да <sup>2)</sup>

Примечание:

<sup>1)</sup>При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.

<sup>2)</sup>При наличии НД на методику измерений.

## 2.СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства:

- ГСО 7495-98 состава пестицида гексахлорбензола;
- пипетки 1-1-2-1,1-1-2-25, ГОСТ 29227-91;
- колбы мерные 2-100-2, ГОСТ 1770-74;
- весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 200 г;
- н-Гексан "химически чистый", ТУ 2631-003-05807999-98;
- хроматографическая капиллярная колонка: Rxi-5MS длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной слоя неподвижной фазы 0,25 мкм.

## 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от 18 до 28;
- относительная влажность воздуха, %	от 40 до 70;
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7;
мм рт. ст.	от 645 до 795;
- напряжение питания, В	220 (+15/-10)%;
- частота питания сети, Гц	50 ± 1.

3.2 Хромато-масс-спектрометры подготавливают к работе в соответствии с Руководством по его эксплуатации.

3.3 Приготавливают контрольные растворы по методике, изложенной в приложении А

3.4 Устанавливают параметры хромато-масс-спектрометров в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Наименование параметра	Значение параметра
- режим ввода пробы	без деления (Splitless)
- контрольный раствор гексахлорбензола в гексане, массовая концентрация гексахлорбензола, нг/см <sup>3</sup> :	
– для определения отношения сигнал/шум	1
– для определения ОСКО	10
- объем дозируемой пробы, мкл;	1
- температура термостата колонок	T <sub>нач.</sub> 50 °С (1 мин.) – 40 °С/мин. – 200 °С (0 мин.) – 15 °С/мин. – 280 °С (1 мин.);
-температура испарителя, °С	250
- температура интерфейса, °С	250
- температура ионного источника, °С	200
Регистрация сигнала в режиме мониторинга множественных реакций (MRM):	
- родительский ион (precursor ion)	283,8 m/z
- дочерний ион (product ion)	213,8 m/z
- энергия ионизации (CE), эВ	28
- задержка включения филамента на время выхода растворителя, мин	3
-газ-носитель	гелий
- соударительный газ	аргон

3.3 При проведении поверки соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.2.007.0-75.

#### 4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

##### 4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хромато-масс-спектрометра требованиям технической документации фирмы-изготовителя;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

##### 4.2 Опробование

###### 4.2.1 Определение отношения сигнал/шум.

Отношение сигнал/шум определяют при дозировании контрольного раствора гексахлорбензола в н-гексане при условиях, указанных в таблице 2, при ионизации электронным ударом в режиме MRM.

Значение отношения сигнал/шум определяется автоматически при помощи специальной системы обработки данных GCMSsolution.

Полученное значение должно быть не менее 70000:1.

##### 4.3 Определение метрологических характеристик



4.3.1 Определение значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала проводят дозированием не менее шести раз контрольного раствора гексахлорбензола (приложение А).

Рассчитывают значения ОСКО выходного сигнала (площади пика ( $\sigma_s$ ) и времени удерживания ( $\sigma_t$ )) по формулам

$$\sigma_s = \frac{100}{S} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - S)^2}{n-1}},$$

$$\sigma_t = \frac{100}{t} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - t)^2}{n-1}},$$

где  $S, S_i$  – среднее арифметическое и  $i$ -тое значение площади пика соответственно;

$t, t_i$  – среднее арифметическое и  $i$ -тое значение времени удерживания;

$n$  – число измерений,  $n \geq 6$ .

Значения  $\sigma_s$  и  $\sigma_t$  не должны превышать 9 % и 1 %, соответственно.

4.3.2 При проведении периодической поверки хромато-масс-спектрометров, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

## 5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хромато-масс-спектрометров заносят в протокол произвольной формы.

5.2 Положительные результаты поверки хромато-масс-спектрометров оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

5.3 На хромато-масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

Инженер ФГУП "ВНИИМС"



М.О. Тетерин

### Методика приготовления контрольных растворов

Настоящая методика устанавливает процедуру приготовления контрольных растворов гексахлорбензола в гексане.

1 Средства измерений, материалы и реактивы.

1.1 ГСО 7495-98 состава пестицида гексахлорбензола.

1.2 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-10, 1-1-2-25, ГОСТ 29227-91.

1.3 Колбы мерные 2-100-2, ГОСТ 1770-74.

1.4 Весы лабораторные ГОСТ OIML R 76-1-2011, MAX (НПВ)- 200 г., MIN (Нмпв) 40 мг.

1.5 н-Гексан "химически чистый", ТУ 2631-003-05807999-98.

2 Процедура приготовления контрольных растворов

2.1 Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

2.2 Температура окружающей среды при приготовлении раствора не должна изменяться более, чем на 2 °С.

2.3 Раствор гексахлорбензола в гексане с массовой концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup> готовят объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента ( $C_0$ ) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

где  $m$  - масса контрольного компонента, мг;

$V$  - объем приготовленной смеси, см<sup>3</sup>.

2.4 Определяют массу  $m_1$  мерной колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

2.5 В мерную колбу вносят около 100 мг гексахлорбензола и вновь взвешивают колбу ( $m_2$ ).

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

$$m = m_2 - m_1, \quad (2)$$

2.7 В колбу с гексахлорбензолом вводят от 20 см<sup>3</sup> до 25 см<sup>3</sup> гексана, перемешивают содержимое и доводят гексаном объем раствора до 100 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают раствор.

2.8 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по 2.3.

2.9 Растворы с массовой концентрацией контрольного компонента менее 1 мг/см<sup>3</sup> готовят последовательным разбавлением более концентрированных растворов согласно процедуре, описанной ниже.

2.9.1 Растворы с массовой концентрацией гексахлорбензола около 10 мкг/см<sup>3</sup> ( $C_1$ ) готовят следующим образом. В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 1 см<sup>3</sup> ( $V_1$ ) раствора с массовой концентрацией  $C_0$ , вводят от 20 см<sup>3</sup> до 25 см<sup>3</sup> гексана, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают раствор.

2.9.2 Вычисляют массовую концентрацию гексахлорбензола ( $C_1$ ) в мкг/см<sup>3</sup> по формуле (3).

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_1}{100} \quad (3)$$

2.9.3 Растворы с массовой концентрацией около 100 нг/см<sup>3</sup> готовят в соответствии с процедурой разбавления по 2.9.1. В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 1 см<sup>3</sup> ( $V_1$ ) раствора с массовой концентрацией  $C_1$ , далее повторяют операции по 2.9.1.

2.9.4 Вычисляют массовую концентрацию гексахлорбензола ( $C_2$ ) в нг/см<sup>3</sup> по формуле (4)

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{100} \quad (4)$$

2.9.5 Растворы с массовой концентрацией около 10 нг/см<sup>3</sup> ( $C_3$ ) готовят разбавлением раствора  $C_2$  по процедуре, описанной в 2.9.1. Вносят 10 см<sup>3</sup> ( $V_{10}$ ) раствора  $C_2$  в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, далее повторяют операции по 2.9.1.

2.9.6 Вычисляют массовую концентрацию контрольного компонента ( $C_3$ ) в нг/см<sup>3</sup> по формуле (5)

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_{10}}{100}. \quad (5)$$

2.9.7 Растворы с массовой концентрацией около 1 нг/см<sup>3</sup> ( $C_4$ ) готовят разбавлением раствора  $C_3$  по процедуре, описанной в 2.9.1. Вносят 1 см<sup>3</sup> раствора  $C_3$  в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, далее повторяют операции по 2.9.1.

2.9.8 Вычисляют массовую концентрацию контрольного компонента ( $C_4$ ) в нг/см<sup>3</sup> по формуле (6)

$$C_4 = \frac{C_3 \cdot V_1}{100} \quad (6)$$

### 3 Хранение растворов

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