

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Государственная система обеспечения единства измерений

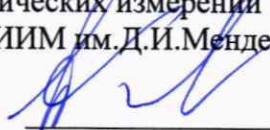
Детекторы масс-селективные

Infinity Lab LC/MSD (модель 6125), Infinity Lab LC/MSD (модель 6135), Ultivo Triple Quad LC/MS (модель 6465), 6420 Triple Quad LC/MS (модель 6420), 6460 Triple Quad LC/MS (модель 6460)


Методика поверки

МП-242-2288-2019

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.В.Колобова

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


М.А.Мешалкин

С. Петербург
2019 г.

Настоящая методика распространяется на детекторы масс-селективные Infinity Lab LC/MSD (модель 6125), Infinity Lab LC/MSD (модель 6135), Ultivo Triple Quad LC/MS (модель 6465), 6420 Triple Quad LC/MS (модель 6420), 6460 Triple Quad LC/MS (модель 6460), далее по тексту, соответственно - модели 6125, 6135, 6465, 6420, 6460 и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Цифровое обозначение модели расположено на задней стенке корпуса детектора. Допускается добавление одной или двух букв английского алфавита к цифровым обозначениям моделей детекторов, относящихся к логистическим данным изготовителя. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции | Номер пункта | Проведение операции при поверке | |
|---|--------------|---------------------------------|---------------|
| | | первичной | периодической |
| Подготовка к поверке | 5 | Да | Да |
| Внешний осмотр и опробование | 6.1 | Да | Да |
| Проверка соответствия ПО | 6.2 | Да | Да |
| Определение метрологических характеристик | 6.3 | Да | Да |

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие средства поверки

2.2.1. Основные средства поверки:

- стандартный образец состава левомицетина ГСО 10165-2012.

2.2.2. Вспомогательные средства поверки:

- метанол для хроматографии кв. «хч» по ТУ 6-09-1709-77 (используется в качестве растворителя);

- меры вместимости: пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, колбы наливные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные).

- весы лабораторные высокой точности по ГОСТ 53228-2008 с максимальной нагрузкой 20 или 200 г;

2.2.3. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых детекторов с требуемой точностью.

2.2.4. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, а ГСО и химические реактивы - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие методику поверки и имеющие удостоверение поверителя.

Для снятия данных при поверке допускается участие сервис-инженера фирмы-изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего детектор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 30 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

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

- приготовлены поверочные растворы согласно требованиям п. 6.3.1.1.1 и 6.3.1.2.1 настоящей методики поверки;
- параметры детектора должны быть установлены в соответствии с руководством по эксплуатации.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр и опробование.

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

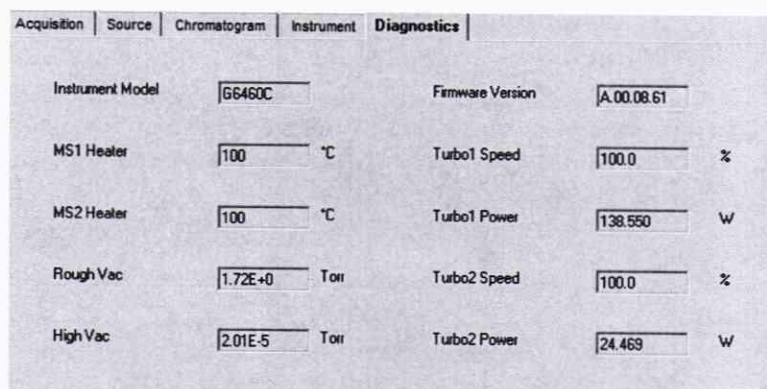
- отсутствие механических повреждений корпуса;
- четкость маркировки.

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. Определение номера версии встроенного программного обеспечения.

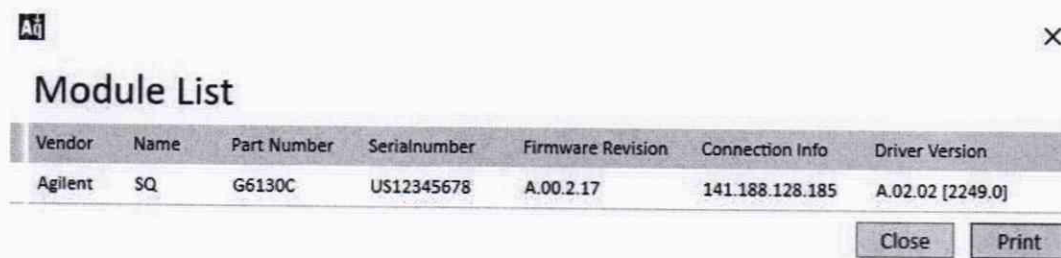
6.2.1.1. В том случае если детектор управляется с помощью автономного ПО MasHunter, версия встроенного ПО отображается на вкладке Diagnostics в окне Firmware Version. Вид вкладки показан на рисунке 1.



| Instrument Model | Value | Unit | Firmware Version | Value | Unit |
|------------------|---------|------|------------------|------------|------|
| Instrument Model | G6460C | | Firmware Version | A.00.08.61 | |
| MS1 Heater | 100 | °C | Turbo1 Speed | 100.0 | % |
| MS2 Heater | 100 | °C | Turbo1 Power | 138.550 | W |
| Rough Vac | 1.72E+0 | Torr | Turbo2 Speed | 100.0 | % |
| High Vac | 2.01E-5 | Torr | Turbo2 Power | 24.469 | W |

Рисунок 1 - Вкладка Diagnostics с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.1.2. В том случае если детектор управляется с помощью автономного ПО OpenLab CDS, версия встроенного ПО отображается в окне Module List в столбце Firmware Revision. Вид окна показан на рисунке 2.



| Vendor | Name | Part Number | Serialnumber | Firmware Revision | Connection Info | Driver Version |
|---------|------|-------------|--------------|-------------------|-----------------|------------------|
| Agilent | SQ | G6130C | US12345678 | A.00.2.17 | 141.188.128.185 | A.02.02 [2249.0] |

Рисунок 2 – Окно Module List с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.1.3. В том случае если детектор управляется с помощью автономного ПО OpenLab CDS Chemstation Edition, версия встроенного ПО отображается в окне Module List в нижней строке в столбце Firmware Revision. Вид окна показан на рисунке 3.

Module List

| Vendor | Name | Part Number | Serialnumber | Firmware Revision | Connection Info | Driver Version | Additional Information |
|---------|--------------|-------------|--------------|-------------------|-----------------|-----------------|---|
| Agilent | DAD | G7115A | DEAC604731 | D.07.23 [0009] | 192.168.254.11 | A.02.19 SI 14.5 | |
| Agilent | Multisampler | G7167B | DEBA501575 | D.07.23 [0009] | 192.168.254.11 | A.02.19 SI 14.5 | Access Point Thermostat : 20448:DEBAT14940 Rev. 30 |
| Agilent | Column Comp. | G7116B | DEBA403331 | D.07.23 [0009] | 192.168.254.11 | A.02.19 SI 14.5 | Slave Firmware: C.07.20 [0002] |
| Agilent | Binary Pump | G7120A | DEBA202373 | D.07.23 [0009] | 192.168.254.11 | A.02.19 SI 14.5 | |
| Agilent | G6135B MSD | G6135B | SG1730P005 | 3.02.50 | 192.168.254.12 | | |

Configuration as of last online instrument connection

Close Print

Рисунок 3 – Окно Module List с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.1.4. Детектор считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии встроенного ПО:

- не ниже A.00.06 для Mass Hunter;
- не ниже A.00.2.00 для OpenLab CDS;
- не ниже 3.01.00 для OpenLab CDS Chemstation Edition.

6.2.2. Определение номера версии автономного программного обеспечения

6.2.1.1. Окно с номером версии ПО Mass Hunter выводится на дисплей с помощью команды Help⇒About. Вид окна приведен на рисунке 3.

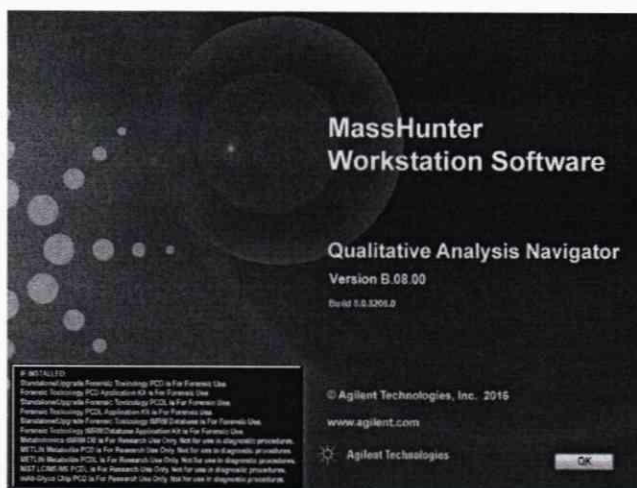


Рисунок 3 – Вид окна в версии ПО Mass Hunter.

6.2.1.2. Окно с номером версии ПО выводится на дисплей с помощью команды Help⇒About. Вид окна приведен на рисунке 4.

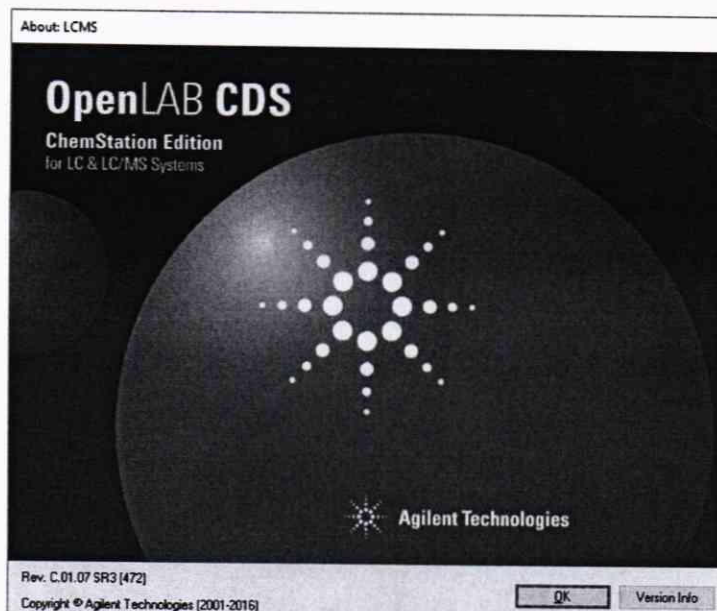


Рисунок 4 - Вид окна в версии ПО OpenLab CDS Chemstation Edition

6.2.1.3. Проверка соответствия метрологически значимых частей ПО OpenLab CDS осуществляется следующим образом. В главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Помощь» или «?» (Help). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «О программе» (About), в результате чего откроется окно, в котором приведен номер версии для Control Panel (рисунок 5).

Для вывода окон метрологически значимых частей ПО OpenLab CDS - OpenLab CDS Acquisition (рис.6) и OpenLab CDS Data Analysis (рис. 7) нужно выполнить следующие действия: В окне «Панель Управления» выбрать в списке «Приборы», в списке приборов выбрать поверяемый прибор (его условное обозначение) и нажать функцию «Запуск». В открывшемся окне прибора выбрать функции «Сбор данных» (Acquisition) или соответственно «Обработка данных» (Data Analysis).

В открывшихся окнах выбранных функций выбрать закладку «Файл» и из списка выбрать строку «Информация» для вывода окон указанных на рис.6 или рис. 7.

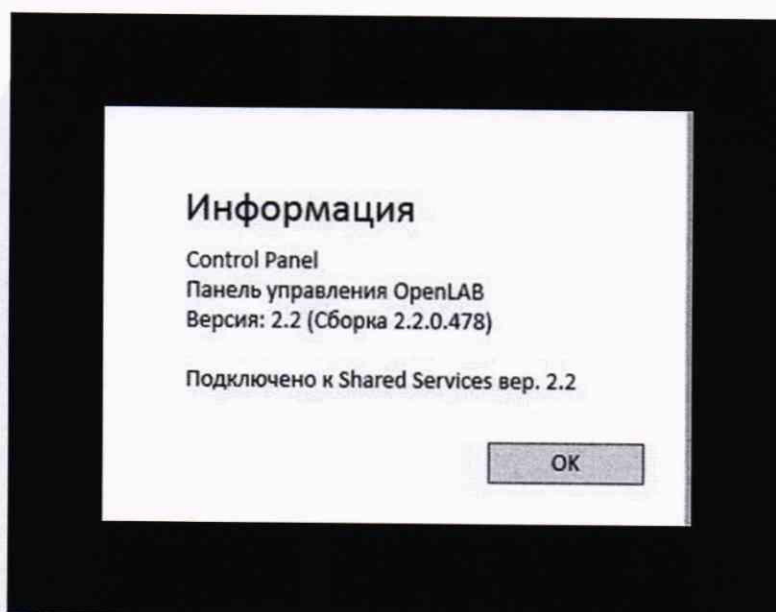


Рисунок 5 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab

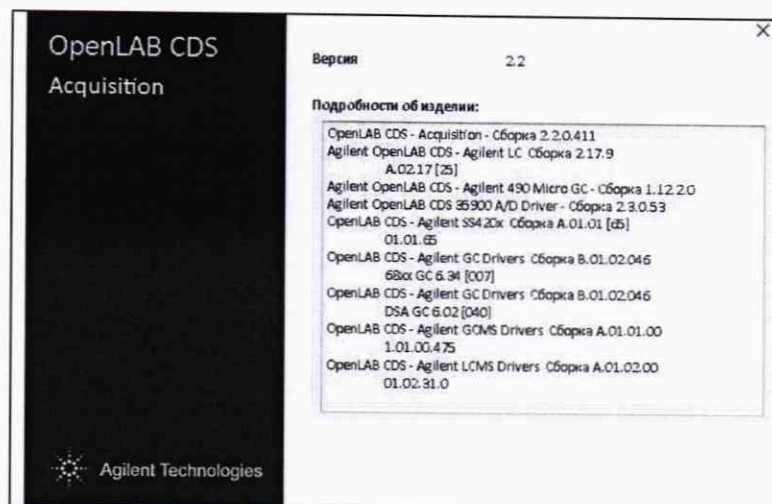


Рисунок 6 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Acquisition

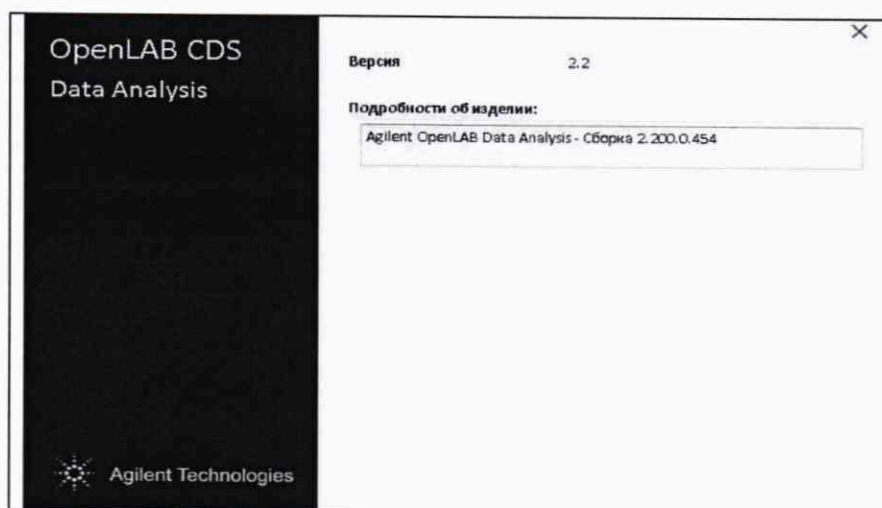


Рисунок 7 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Data Analysis

6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1. Определение чувствительности (отношение сигнал/шум)

6.3.1.1. Модели 6125 и 6135

6.3.1.1.1. Ввести 2 мкл контрольного раствора с массовой концентрацией 50 пг/мкл левомецетина в метаноле в прибор и с помощью программного обеспечения определить отношение сигнал/шум для m/z 321 (в режиме ионизации электроспреем с источником ионов ESI или ESI/AJS, в режиме регистрации SIM). В расчете используется среднееквадратическое значение шума (RMS).

6.3.1.1.2. Повторить действия, указанные в п.6.3.1.1.1 еще два раза.

6.3.1.1.3. Результаты поверки по п 6.3.1.1 считаются положительными, если в серии из трех определений, наименьшее значение отношения сигнал/шум не менее 50.

6.3.1.2. Модели 6465, 6420 и 6460.

6.3.1.2.1 Ввести 2 мкл контрольного раствора с массовой концентрацией 0,5 пг/мкл левомецетина в метаноле в прибор и с помощью программного обеспечения определить отношение сигнал/шум для перехода m/z 321,2 \rightarrow 152,0 (в режиме ионизации электроспреем при отслеживании множественных реакций (MRM)). В расчете используется среднееквадратическое значение шума (RMS).

6.3.1.2.2. Повторить действия, указанные в п.6.3.1.2.1 еще два раза.

6.3.1.2.3. Результаты поверки по п 6.3.1.2 считаются положительными, если в серии из трех определений наименьшее значение отношения сигнал/шум не менее, чем указано в таблице 2.

Таблица 2 - Отношение сигнал/шум

| | |
|--|------|
| модель 6465 (с источником ионов ESI/AJS) | 3000 |
| модель 6465 (с источником ионов ESI) | 600 |
| модель 6420 (с источником ионов ESI) | 250 |
| модель 6460 (с источником ионов ESI/AJS) | 1000 |

6.3.2 Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.2.1. Определение СКО выходного сигнала проводят по контрольному раствору с массовой концентрацией 0,5 пг/мкл левомицетина в метаноле (для моделей 6465, 6420 и 6460) и 50 пг/мкл левомицетина в метаноле (для моделей 6125 и 6135).

6.3.2.2. Объем вводимой пробы – 2 мкл.

6.3.2.3. Последовательно ввести пробу в прибор и зафиксировать время удерживания и площадь пика левомицетина. Повторяют операцию пять раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21; ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

6.3.2.4. С помощью программного обеспечения определить относительное СКО выходного сигнала по площади пика и времени удерживания.

6.3.2.5. Возможно провести расчет 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.

Данные для ручного расчета берутся из суммарного рапорта результатов измерений.

6.3.2.6. Результаты поверки по п.6.3.2 считаются положительными, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 8,0 % по площади пика и 2,0 % по времени удерживания.

7. Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Детектор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3. Детектор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель детектора (под названием) и (или) на свидетельство о поверке.

Методика приготовления поверочных растворов

1. Для приготовления поверочного раствора применяют следующее оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91.
- ГСО 10165-2012 Стандартный образец состава левомецетина.
- Метанол для хроматографии кв. «ХЧ» по ТУ 6-09-1709-77.
- Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

2. Приготовление раствора 10 мг/л (раствор «А»).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску левомецетина (1,0±0,1) мг, доводят до метки метанолом. Срок хранения 7 дней в холодильнике.

3. Приготовление растворов 0,5 пг/мкл и 50 пг/мкл

Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л левомецетина используется для приготовления поверочного раствора 0,5 мкг/л (0,5 пг/мм³) методом последовательного объемного разбавления метанолом (при необходимости в два этапа).

Количество растворителя, необходимое для получения раствора требуемой концентрации, вычисляют используя следующую формулу:

$$C_{1i} = C_{oi} \cdot \frac{V_{oi}}{V_k}, \quad (\text{a.1})$$

где C_{oi} - действительное значение концентрации компонента в растворе, используемом в качестве исходного для разбавления мг/дм³.

V_{oi} - объем раствора, используемом в качестве исходного для разбавления.

V_k - общий объем приготовленного раствора

C_{1i} - расчетная (требуемая) концентрация компонента в контрольном растворе.

4. При использовании средств измерений, стандартных образцов и реактивов, указанных в п.1. настоящего приложения, относительная погрешность поверочного раствора, приготовленного по данной методике, не превышает ±5 %.