

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
Уральский научно-исследовательский институт метрологии –
филиал Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Соби́на

28 " 04 2025 г.



«ГСИ. Хромато-масс-спектрометры LC-TQ 5200 Р.
Методика поверки»
МП 104-251-2024

Екатеринбург

2025

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8	Внешний осмотр средства измерений	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	7
12	Оформление результатов поверки.....	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А		10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хромато-масс-спектрометры LC-TQ 5200 P (далее – хромато-масс-спектрометры), выпускаемые фирмой Guangzhou Hexin Instrument Co., Ltd., Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка хромато-масс-спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость хромато-масс-спектрометров к ГЭТ 208-2024 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом косвенных измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки хромато-масс-спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Отношение сигнал/шум*, не менее	1 500:1
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала**, %	
- по площади пика	5
- по времени удерживания	1
* – при дозировании 1 пг резерпина в режиме «электроспрей», положительная ионизация, сканирование в режиме MRM для перехода m/z 609,3 > 195,1;	
** – при дозировании 100 пг резерпина в режиме «электроспрей», положительная ионизация, сканирование в режиме MRM для перехода m/z 609,3 > 195,1.	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- ГОСТ Р 52501-2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»;

- ГОСТ 4919.1-2016 «Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов»;

- ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»;
- ГОСТ 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»;
- ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			11
Проверка отношения сигнал/шум	да	да	11.2
Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) выходного сигнала	да	да	11.3

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, хромато-масс-спектрометр бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +18 до +28
- относительная влажность, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке хромато-масс-спектрометра допускаются лица, прошедшие обучение и аттестованные в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на хромато-масс-спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +18 °С до +28 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5$ % Средство измерений давления: диапазон измерений давления от 84 до 106 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений давления $\pm 0,2$ кПа	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09; Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
Раздел 11 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартный образец состава резерпина; аттестованные значения массовой доли резерпина от 99,3 % до 99,85 %; допускаемое значение абсолютной погрешности аттестованного значения $0,46 \cdot (100-w)$, где w – аттестованное значение массовой доли резерпина в стандартном образце	ГСО 12061-2022
	Средство измерений массы в диапазоне измерений от 0,001 до 200 г, класс точности первый специальный по ГОСТ OIML R 76-1-2011	Весы лабораторные ХР Analytical XP205, рег. № 44573-10
	– мерные колбы вместимостью 100 см ³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74; – градуированные пипетки вместимостью 1,0 см ³ и 10 см ³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91; – метанол хч ТУ 20.14.22-003-62112778-2020.	
Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов и средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть утвержденного типа и поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н

«Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида хромато-масс-спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений хромато-масс-спектрометров;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений и четкость маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре хромато-масс-спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка прекращается, хромато-масс-спектрометр бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра и барометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают хромато-масс-спектрометр в соответствии с РЭ.

9.3 Средства измерений, используемые при поверке, подготавливают согласно их эксплуатационной документации, стандартные образцы – согласно их паспорту.

9.4 Готовят контрольные растворы резерпина в соответствии с Приложением А к настоящей методике поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных внешнего программного обеспечения (далее – ПО) хромато-масс-спектрометра. Идентификацию наименования и номера версии ПО проводят, используя вкладку «About Software».

Идентификационное наименование и номер версии внешнего ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные внешнего ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Hexin LC-TQ Software
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	V1.x.x.x ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	–

¹⁾ «х» - обозначение номера версии метрологически незначимой части ПО, может принимать значения от 0 до 99, а также включать знаки и буквы.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение метрологических характеристик проводят после выхода хромато-масс-спектрометра на режим в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Условия измерений

Параметр	Значение
Режим ионизации	ESI+
Температура осушающего газа (Drying Gas), °C	500*
Скорость потока осушающего газа (Drying Gas), дм ³ /мин	2*
Скорость потока шторного газа (Curtain Gas), дм ³ /мин	3*
Скорость потока газа соударений (Collision Gas), см ³ /мин	0,4*
Напряжение на капилляре (ESI Voltage), В	5500*
Напряжение на ячейке соударения (CE), В	62*
Разрешение (Resolution) Q1 и Q3	Unit-Unit*
Переход MRM	609,3 > 195,0
Скорость потока элюента, см ³ /мин	0,4*
Температура термостата колонок, °C	35*
Температура термостата образцов, °C	20*
Элюент	метанол*
Хроматографическая колонка (фаза, длина × внутренний диаметр, диаметр частиц)	C18, 100 мм × 2,1 мм, 1,7 мкм*

* Параметры имеют рекомендательный характер и могут быть изменены с целью оптимизации результатов измерений.

11.2 Проверка отношения сигнал/шум

11.2.1 Проверку отношения сигнал/шум проводят при помощи контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 0,1 пг/мм³, приготовленного в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

11.2.2 В хромато-масс-спектрометр вводят 10 мм³ контрольного раствора. Записывают хроматограмму перехода m/z 609,3>195,0 (точное значение масс ионов-продуктов устанавливают, исходя из отображаемых значений в масс-спектре). Полученный пик подвергают сглаживанию, используя функцию ПО «Gaussian Smooth», задают параметр сглаживания Smoothness – 90. Для сглаживания базовой линии выбирают функцию «Threshold», задают параметр сглаживания – 150. Нажимают правой кнопкой мыши в любую область хроматограммы, в выпадающем списке выбирают функцию «Signal-to-Noise ratio». Выделяют пик на хроматограмме, обозначая границы пика. Выбирают диапазон измерений шума не менее 20 с. Значение сигнал/шум «RMS S/N» появляется в всплывающем окне «Signal-to-Noise Ratio Calculation».

Полученное значение отношения сигнал/шум должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.3 Определение относительного СКО выходного сигнала

11.3.1 Определение относительного СКО выходного сигнала проводят при помощи контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 10 пг/мм³, приготовленного в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

11.3.2 10 мм³ контрольного раствора вводят в хромато-масс-спектрометр не менее 6 раз и измеряют выходной сигнал по площади пика и по времени удерживания.

11.3.3 Относительное СКО выходного сигнала (площади пика (σ_S , %), и времени удерживания (σ_t , %)) рассчитывают по формулам

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

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

где S_i – i -ое измеренное значение площади пика, у.е.;

$\bar{S}$ – среднее арифметическое значение площади пика, у.е. рассчитанное по формуле

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i}{n}, \quad (3)$$

$\bar{t}$ – среднее арифметическое значение времени удерживания, мин, рассчитанное по формуле

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^n t_i}{n}, \quad (4)$$

где t_i – i -ое измеренное значение времени удерживания, мин;

n – число измерений.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критерием пригодности является соответствие отношения сигнал/шум и значения относительного СКО выходного сигнала средства измерений установленным нормам (таблица 1 настоящей методики поверки).

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки хромато-масс-спектрометр признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на хромато-масс-спектрометры не предусмотрено. Пломбирование хромато-масс-спектрометров не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки хромато-масс-спектрометр признается непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов резерпина

А.1 Для приготовления контрольных растворов используется:

- ГСО 12061-2022 стандартный образец состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС);
- мерные колбы вместимостью 100 см^3 не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74;
- градуированные пипетки вместимостью $1,0\text{ см}^3$ и 10 см^3 не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91;
- весы лабораторные с диапазоном измерений 0,001 до 200 г и первым специальным классом точности по ГОСТ OIML R 76-1-20211;
- метанол хч ТУ 20.14.22-003-62112778-2020.

А.2 Приготовление исходного раствора резерпина с массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают в мерной колбе вместимостью 100 см^3 навеску массой $10,0\text{ мг}$ резерпина при помощи весов лабораторных, предварительно обнулив показания весов с учетом массы колбы, добавляют 25 см^3 метанола, растворяют навеску перемешиванием и доводят до метки метанолом, перемешивают.

А.3 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 100 пг/мм^3 (100 мкг/дм^3)

$0,1\text{ см}^3$ раствора, приготовленного по п.А.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки метанолом, перемешивают.

А.4 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 10 пг/мм^3 (10 мкг/дм^3)

10 см^3 раствора резерпина с массовой концентрацией 100 пг/мм^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки метанолом, перемешивают.

А.5 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией $0,1\text{ пг/мм}^3$ ($0,1\text{ мкг/дм}^3$)

$0,1\text{ см}^3$ раствора резерпина с массовой концентрацией 100 пг/мм^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки метанолом, перемешивают.