



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора

С.А. Денисенко

М.п.



2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений.

Хромато-масс-спектрометры жидкостные с тройным квадруполом

EXPEC L-Chrom MS

Методика поверки

РТ-МП-1632-205-2025

г. Москва

2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры жидкостные с тройным квадруполом EXPEC L-Chrom MS (далее - хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массовой доли в соответствии с поверочной схемой «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах», утвержденной Приказом Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 208-2024.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	Да	Да	7
2 Подготовка к поверке средства измерений	Да	Да	8
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
4 Опробование средства измерений: - определение отношения сигнал/шум	Да Да	Да ¹⁾ Да ¹⁾	10 10.1
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям: - определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	Да	Да ¹⁾	11
- определение показателей точности результатов измерений	Да	Да ¹⁾	11.1
	Да	Да ²⁾	11.2
6 Оформление результатов поверки	Да	Да	12

Примечания:
¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.
²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (разные источники ионизации) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным Приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца сред-

ства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

Информация об объёме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от +18 до +25
- относительная влажность воздуха, %	от 20 до 60
- атмосферное давление, кПа	84,0 до 106,7

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

Для получения экспериментальных данных с прибора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 % Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1, рег. № 53505-13. Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
Стандартные образцы, средства измерений, мерная посуда, вспомогательные средства, реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений		
8.2.1, 10.1, 11.1	Контрольный раствор с массовой концентрацией резерпина 1 мкг/дм ³ .	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 12061-2022 по методике, приведенной в приложении А.
	Контрольный раствор с массовой концентрацией резерпина 10 мкг/дм ³ .	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 12061-2022 по методике, приведенной в приложении А.
	Вспомогательные средства поверки: - весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, 1 (специальный) класс точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г; - колбы мерные наливные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<ul style="list-style-type: none"> - пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-25, ГОСТ 29169-91; - стаканы В-1-50ТС, ГОСТ 25336-82; - вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005; - метанол марки А, ГОСТ 2222-95. 	

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений для поверки должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняются требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации (далее - РЭ) хромато-масс-спектрометра.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида изображениям, приведенным в описании типа;
- соответствие внешнего вида и комплектности поверяемого хромато-масс-спектрометра требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хромато-масс-спектрометра.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если хромато-масс-спектрометр соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где проходит поверка средства измерений, проводят контроль условий окружающей среды: определяют температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды фиксируют в протоколе поверки.

8.2 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2.1 Готовят контрольные растворы резерпина в метаноле с массовой концентрацией 1 мкг/дм³, 10 мкг/дм³. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.3.2 Перед проведением поверки хромато-масс-спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Запускают программное обеспечение (далее – ПО) хромато-масс-спектрометра, открывают вкладку Help/About.

В открывающемся окне высвечивается наименование ПО и номер версии. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MassExpert
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	MassExpert.P004.V005.002
Цифровой идентификатор ПО	-

Результаты проверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 3.

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют отношение сигнал/шум.

10.1 Определение отношения сигнал/шум

Определение отношения сигнал/шум выполняют на хромато-масс-спектрометре, укомплектованном капилляром (материал ПEEK, 0,1 мм внутренний диаметр, длина не менее 50 см). Определение отношения сигнал/шум проводят с использованием 10 мкл контрольного раствора резерпина в метаноле с массовой концентрацией 1 мкг/дм³, приготовленного по методике, приведенной в Приложении А. В соответствии с РЭ, устанавливают режим ионизации ESI+ и/или APCI+ (таблица 4).

Вводят пробу контрольного раствора. Находят отношение сигнал/шум (S/N) резерпина для MRM перехода m/z 609,3 → 195,1. Значения отношения сигнал/шум рассчитывают с помощью ПО при условиях предварительной обработки с применением функции сглаживания: тип сглаживания Wave_Filter, smoothing times - 1, levels - 5, noise 0,5 min.

Таблица 4 – Базовые режимные параметры

Характеристика	Значение	
Функция корректировки сигнала базовой линии, CPS	Шаг 1 – Original strength (cps) - 0 Correction factor – 0,1 Шаг 2 - Original strength (cps) - 500 Correction factor – 1	
Режим ионизации	ESI+	APCI+
Напряжение на распыляющем капилляре (Capillary), В	5	-
Ток на игле коронного разряда Corona needle current (uA)	-	5
Напряжение на внутреннем конусе (Sampling cone), В	50	50
Напряжение на внешнем конусе (Curtain plate), В	600	600
Температура газа десольватации (Desolvation gas), °C	500	500
Поток распыляющего газа (Nebulizer gas), дм ³ /мин	1,3	0,6
Поток газа десольватации (Desolvation gas), дм ³ /мин	8	5
Блокирующий газ (Blockback gas), дм ³ /мин	1	1,1
Выходное напряжение (Outlet voltage), В	50	50
Напряжение умножителя (Multiplier voltage), В, не менее	2300	2300
Элюент	метанол	
Скорость потока элюента, см ³ /мин	0,4	
Объем вводимой пробы, мм ³	10	
Переход MRM	609,3 → 195,1	
Энергия соударения (Collision energy), эВ	50	

Результаты проверки считают положительными, если значения отношения сигнал/шум не менее значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 - Метрологические характеристики хромато-масс-спектрометров жидкостных с тройным квадруполом EXPEC L-Chrom MS и EXPEC L-Chrom MS WR

Наименование характеристики	Значение			
	EXPEC L-Chrom MS		EXPEC L-Chrom MS WR	
Источник ионизации	ESI	APCI	ESI	APCI
Диапазон массовых чисел, а.е.м.	от 5 до 1000		от 5 до 2000	
Отношение сигнал/шум (при дозировании 10 мкл резерпина с массовой концентрацией 1 мкг/дм ³ , положительная ионизация, при отслеживании множественных реакций (MRM) по пику дочернего иона m/z 195,1 (m/z родительского иона 609,3)), не менее	150000:1	90000:1	90000:1	
Предел допускаемых значений относительного СКО выходного сигнала (при дозировании 10 мкл резерпина с массовой концентрацией 10 мкг/дм ³), %				
- времени удерживания	1		1	
- площади пика	4		2	4

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Определение относительного СКО выходного сигнала выполняют на хромато-масс-спектрометре, укомплектованном аналитической колонкой. Выбирают режим ионизации ESI+ и/или APCI+. Измерения проводят после выхода хромато-масс-спектрометра на режим при условиях, указанных в таблице 4, и в соответствии с РЭ. Используют 10 мкл контрольного раствора резерпина в метаноле с массовой концентрацией 10 мкг/дм³, приготовленный по методике, приведенной в Приложении А.

Контрольный раствор вводят в хромато-масс-спектрометр не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пиков и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение. Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где \bar{X} - среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

X_i - значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) при i -ом измерении;

n - число измерений.

Результаты проверки считают положительными, если значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 5.

11.2 Определение показателей точности результатов измерений

При проведении периодической поверки хромато-масс-спектрометров, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показате-

ли точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хромато-масс-спектрометра заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки (с учетом объема проведенной поверки) передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.3 На хромато-масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальника отдела ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»

С.В. Вихрова

Начальник сектора ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест», к.х.н.

О.Л. Рутенберг

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ**А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

А.1.1 ГСО 12061-2022 стандартный образец состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли резерпина от 99,3 % до 99,85 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95 \pm(0,46 \cdot(100-w))$ %, где w – массовая доля резерпина, %.

А.1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, 1 (специальный) класс точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

А.1.3 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.4 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-25, ГОСТ 29169-91.

А.1.5 Стаканы В-1-50ТС, ГОСТ 25336-82.

А.1.6 Вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005.

А.1.7 Метанол марки А, ГОСТ 2222-95.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА РЕЗЕРПИНА

А.2.1. Приготовление исходного раствора резерпина с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

Взвешивают в стакане 10,0 мг резерпина, добавляют 25 см^3 раствора метанола, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Ополаскивают стакан метанолом, раствор переносят в мерную колбу. Мерную колбу ставят в ультразвуковую ванну на 15 минут или до полного растворения резерпина. После охлаждения колбы с раствором, доводят до метки метанолом, перемешивают.

А.2.2 Приготовление раствора резерпина с массовой концентрацией $0,1 \text{ мг/дм}^3$
 1 см^3 раствора, приготовленного по А.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки метанолом. Тщательно перемешивают.

А.2.3 Приготовление раствора резерпина с массовой концентрацией $0,01 \text{ мг/дм}^3$
(10 мкг/дм^3)
 1 см^3 раствора, приготовленного по А.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки метанолом. Тщательно перемешивают.

А.2.4 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией $0,001 \text{ мг/дм}^3$ (1 мкг/дм^3)

1 см^3 раствора, приготовленного по А.2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки метанолом. Тщательно перемешивают.