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
«21» 09 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометр Triple Quad 5500+

Методика поверки

РТ-МП-664-705-2026

Москва
2026 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометр Triple Quad 5500+ с заводским номером EX243892503 (далее – масс-спектрометр) и устанавливает методику его первичной и периодических поверок.

Используемое средство поверки – СО состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС) ГСО 12061-2022 обеспечивает прослеживаемость средства измерений к ГПЭ 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 ГЭТ 208-2024 в соответствии с ГПС для СИ содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 3158 от 28 декабря 2024 года.

Метод поверки включает применение средств измерений и стандартного образца утвержденного типа, приготовление контрольных растворов с известной концентрацией, определение чувствительности, относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через систему ввода пробы.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики СИ

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность (отношение сигнал/шум) в режиме MRM и положительной ионизации электростатическим распылением (ESI) при инжекции 50 фг резерпина (m/z 609,3) на колонку, не менее	2000:1
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через систему ввода пробы, %	5

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операции поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2
Опробование	Да	Да	8.3
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	Да	Да	10

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операции поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение чувствительности в режиме MRM и положительной ионизации электростатическим распылением (ESI) при инжекции 50 фг резерпина (m/z 609,3)	Да	Да	10.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через систему ввода пробы	Да	Да	10.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10.3

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

2.3 Периодическая поверка проводится по истечении межповерочного интервала и при повторном введении в эксплуатацию после длительного хранения (более одного межповерочного интервала).

2.4 Возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений для масс-спектрометра не предусматривается.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С — от + 15 до + 25
– атмосферное давление, кПа — от 84 до 106
– относительная влажность воздуха, % — от 20 до 80

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, владеющие методом анализа, знающие принцип действия, конструкцию и правила эксплуатации масс-спектрометра.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Основные и вспомогательные СИ, реактивы

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.2 Проверка условий проведения поверки	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 от 20 до 80 % с погрешностью не более ±2%; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более ±0,5 кПа	Измеритель комбинированный Testo 176-P1, рег. № 48550-11
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	СО с аттестованным значением массовой доли резерпина w, расширенная неопределенность 0,46(100-w) % при к=2 и Р=0,95 %	СО состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС), ГСО 12061-2022
	Средства измерений переменного объема от 0,5 до 10 мм^3 и от 100 до 1000 мм^3, предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы 3,0 % и 1,0 %	Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus 0,5-10 мкл, 100-1000 мкл, рег. № 55543-13
	Средства измерений массы от 0,01 г до 220 г, класс точности I (специальный) по ГОСТ OIML R 76-1-2011	Весы неавтоматического действия CPA225D-0CE, рег. № 54391-13
	Средства измерений вместимости 50 см^3 по ГОСТ 25336-82, Колбы по ГОСТ 1770-74100 см^3, 1000 см^3 2-го класса точности	Стакан по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 см^3. Колбы по ГОСТ 1770-74 2-100-2, 2-1000-2
	Реактивы: Ацетонитрил для масс-спектрометрии «о.с.ч» ТУ 2634-002-04715285-2012	
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, утвержденного типа стандартные образцы, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице. Допускается использовать реактивы, соответствующие требованиям к ним, указанным выше.		

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют все требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации на масс-спектрометр.

Конструкция и электрический монтаж масс-спектрометра обеспечивают безопасность обслуживающего персонала в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0-75 по классу 1, «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».

Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие масс-спектрометра Описанию типа в части комплектности;
- соответствие внешнего вида изображению, приведенному в Описании типа;
- отсутствие дефектов и повреждений, влияющих на работоспособность и приводящих к нарушению требований безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды.

7.2 Масс-спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с эксплуатационной документацией, на масс-спектрометре должны быть выполнены подготовительные работы в соответствии с главой 8 руководства по эксплуатации (далее – РЭ).

8.2 Проверяют условия проведения поверки на соответствие требованиям п.3.1.

8.3 Опробование

При опробовании проверяют режимы работы масс-спектрометра, режимы детекции. Опробование масс-спектрометра проводят в соответствии с РЭ («Настройка сканирования MS»).

При опробовании проверяют общее функционирование масс-спектрометра, возможность перехода из одного режима работы в другой, работу в режиме ручного управления.

Результаты опробования считают положительными, если после выхода на режим не появляются информационные сообщения программного обеспечения (далее – ПО), указывающие на возникновение фатальных ошибок.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Проверка номера версии ПО.

Включить персональный компьютер. На рабочем столе найти ярлык программы Sciex OC. Двойным кликом по ярлыку запустить программу. В верхней строке меню нажать кнопку «О программе».

Откроется окно сведений – рисунок 1.

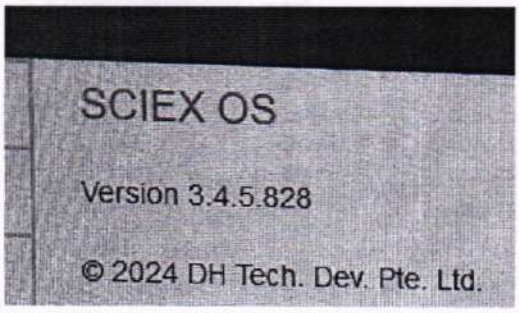


Рисунок 1 – Сведения о программе Sciex ОС

9.2 Определение контрольной суммы

Запустить интегрированную среду сценариев Windows PowerShell ISE (Пуск/Windows PowerShell ISE), во вкладке «Команды/Commands» выбрать команду Get-FileHash, в параметрах для «Get-FileHash» в строке «Path*» задать «путь к файлу, заключенный в кавычки\название файла», в строке «Algorithm» выбрать алгоритм вычисления «SHA256».

Названия файла для вычисления: 20260616_reserpine.qsession. Нажать кнопку «Запустить». В окне «Сценарий/Script» выводится цифровой идентификатор ПО (Hash) – рисунок 2.

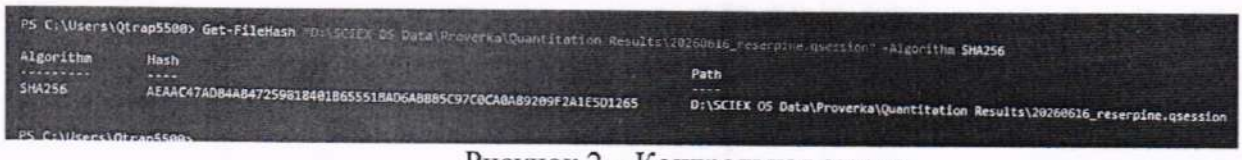


Рисунок 2 – Контрольная сумма

9.3. Масс-спектрометр считается выдержавшим операцию поверки, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Наименование ПО	SciexOS
Идентификационное наименование ПО	SciexOS
Номер версии (идентификационный номер) ПО (не ниже)	3.4.5.828
Цифровой идентификатор ПО	AEAAC47AD84A847259818401B65551B AD6AB885C97C0A89209F2A1E5D1265
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	SHA256

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение чувствительности в режиме MRM и положительной ионизации электростатическим распылением (ESI) при инжекции 50 фг резерпина (m/z 609,3) на колонку масс-спектрометра выполняют с использованием ГСО 12061-2022 стандартного образца состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС), и при условиях, указанных в таблице 5.

Таблица 5 – Условия измерений

Режим	Электроспрей, MRM, положительная ионизация
Элюент	вода /ацетонитрил с объемным соотношением 30/70
Контрольный раствор	резерпин в ацетонитриле
Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм^3	0,00001
Объем пробы контрольного раствора, мм^3	5
Скорость потока элюента, см^3/мин	0,4
Источник ионов с зондом	TurboIonSpray

Подготовить контрольный раствор стандартного образца резерпина согласно Приложению А. Ввести подготовленный раствор в масс-спектрометр через систему ввода пробы.

Значение отношения сигнал/шум измеряют при условиях, приведенных в таблице 5, при мониторинге множественных реакций (MRM) и положительной ионизации электростатическим спреем для регистрации перехода протонированного иона резерпина с m/z 609,3 к его фрагменту с m/z 195.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) масс-спектрометра при вводе пробы через систему ввода пробы.

Контрольный раствор резерпина вводят в масс-спектрометр через систему ввода пробы и измеряют значение выходного сигнала (площади пика) при условиях, указанных в 10.1. Измерения повторяют не менее 6 раз.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика) σ_X, %, рассчитывают по формуле (1)

$$\sigma_X = \frac{100}{\overline{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \overline{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где X_i – i-ое значение выходного сигнала (площади пика);

$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика);

n – число измерений;

10.3 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.3.1 Полученное значение чувствительности (отношение сигнал/шум) должно быть не менее 2000:1.

10.3.2 Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через систему ввода пробы не должно превышать 5 %.

10.3.3 Масс-спектрометр считается прошедшим операции поверки, если выполняются условия, изложенные в пунктах 10.3.1-10.3.2.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Сведения о результатах поверки оформляют и 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.

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

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

Начальник лаборатории 705
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест» Е.В. Кулябина

Ведущий инженер лаборатории 705
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест» О.Н. Мелкова

Приложение А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА РЕЗЕРПИНА

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 12061-2022.
А.1.2 Ацетонитрил для масс-спектрометрии «о.с.ч» ТУ 2634-002-04715285-2012.
А.1.3 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности – специальный (I).
А.1.4 Колбы мерные вместимостью 2–100–2 и 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74.
А.1.5 Дозаторы пипеточные 0,5-10 мм^3, 100-1000 мм^3, рег. № 55543-13.
А.1.6 Стакан вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336-82.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление исходного раствора резерпина с массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают в стакане 10,0 мг резерпина, добавляют 25 см^3 ацетонитрила, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают.

А.2.2 Приготовление раствора резерпина с массовой концентрацией 0,001 мг/дм^3

10 мм^3 раствора, приготовленного по А.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают.

А.2.3 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 0,00001 мг/дм^3 (10 фг/мкл)

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