

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ИЦ ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

2015 г.



Инструкция

**Хроматографы газовые портативные модели
Tridion-9, Torion T-9
с масс-спектрометрическими детекторами**

Методика поверки

н.р. 63794-16

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые портативные модели Tridion-9, Torigon T-9 с масс-спектрометрическими детекторами (далее – хроматографы) фирмы PerkinElmer Inc., США, 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
1 Внешний осмотр	7.1
2 Опробование	7.2
3 Определение метрологических характеристик:	7.3
- определение чувствительности (отношения сигнал/шум при вводе толуола концентрацией 0,1 мг/мл)	7.3.1
- определение разрешения	7.3.2
- определение абсолютной погрешности при измерении отношения массы к заряду (m/z)	7.3.3

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, вещества:

- толуол, квалификации чда, по ГОСТ 5789-78;
- вода деионизованная по ГОСТ 6709-62;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104-2001, класс точности – специальный (I);
- гелий в картриджах чистота 99,5 % (поставляется вместе с хроматографом), или гелий по ТУ 0271-005-45905715-06 (при подключении баллона используется адаптер, входит в комплект поставки хроматографа);
- пробоотборный шприц (поставляется вместе с хроматографом), погрешность ввода не более 5 %;
- секундомер;
- стакан вместимостью 50 мл по ГОСТ 25336-82;
- колба мерная вместимостью 1000 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74.

2.2 Допускается применение других средств поверки с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки хроматографов допускаются лица, изучившие эксплуатационные документы на них, имеющие достаточные знания и опыт работы с ними и аттестованные в качестве поверителя.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации на прибор.

4.2 При выполнении поверки соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79 и пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки в лаборатории должны соблюдаться следующие условия измерений:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление (80 – 120) кПа;
- относительная влажность от 30 % до 80 %.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Подготавливают прибор к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

6.2 Готовят контрольный раствор толуола в соответствии с Приложением 1. Погрешность приготовления раствора не более $\pm 5,0$ %.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

– соответствие комплектности хроматографа требованиям технической документации;

– четкость маркировки;

– исправность механизмов и крепежных деталей.

Не допускаются дефекты, которые могут повлиять на работоспособность прибора.

7.2 Опробование

7.2.1 Проводят проверку производительности системы, согласно руководству по эксплуатации (раздел 4). После положительного прохождения проверки производительности приступают к определению метрологических характеристик.

7.2.2 Проверка идентификационных данных программного обеспечения хроматографа

После включения хроматографа появляется окно с логотипом ПО, представленное на рис. 1.



Рис. 1. Логотип ПО

При запуске программы отображается текущее состояние прибора - Вакуум и Температура (рис. 2).

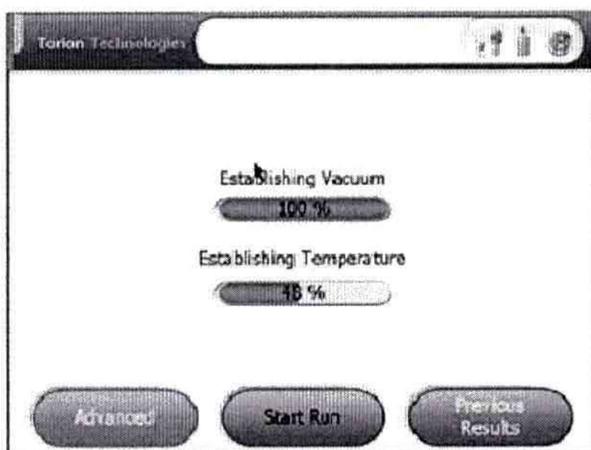


Рис. 2. Текущее состояние прибора

Идентификационные данные программного обеспечения находятся во вкладке «Advanced-Statistic/Diagnostics -Versions» ПО. Соответствие данных, приведенных в документации на прибор:

«Идентификационное наименование ПО - TORION GUI 1.2

Номер версии (идентификационный номер) ПО - не ниже 5091.2280», отображаемым в поле “GVI Versions”, является положительным результатом проверки идентификационных данных ПО.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение абсолютной погрешности при определении отношения массы к заряду (m/z). Перед началом поверки в ПО запускают метод для проведения поверки.

После запуска метода вводят контрольный раствор толуола, приготовленный в соответствии с Приложением 1, в хроматограф не менее 5 раз. Записывают масс-спектр.

Абсолютную погрешность измерений вычисляют по формуле (1):

$$\Delta_i = M_c - M_i \quad (1)$$

где

M_c - справочные данные значения массового числа соединения из содержащейся в ПО библиотеки масс-спектров, а.е.м.;

M_i - измеренное значение массового числа соединения, а.е.м.

Значения абсолютной погрешности при определении отношения массы к заряду (m/z) не должны превышать ± 1 а.е.м.

7.3.2 Разрешение определяется автоматически при записи масс-спектров. Полученное значение должно быть не менее 1 а.е.м.

7.3.3 Определение чувствительности (отношения сигнал/шум при вводе толуола концентрацией 0,1 мг/мл).

Контрольный раствор толуола вводят в хроматограф. Измеряют значение отношения сигнал/шум. Полученное значение должно быть не менее 100:1.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол (Приложение 2).

8.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006-94.

8.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымают из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006-94.

8.4 После ремонта хроматографы подвергают поверке.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

Методика предназначена для приготовления контрольного раствора толуола.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 Тoluол, квалификации чда, по ГОСТ 5789-78
- 1.2 Вода деионизованная по ГОСТ 6709-62
- 1.3 Весы лабораторные по ГОСТ 24104-2001, класс точности – специальный (I)
- 1.4 Пробоотборный шприц (входит в комплект поставки)
- 1.5 Секундомер
- 1.6 Стакан вместимостью 50 мл по ГОСТ 25336-82
- 1.7 Колба вместимостью 1000 см³ второго класса точности по ГОСТ 1770-74

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление исходного раствора толуола

В стакане взвешивают 100,0 мг толуола. Затем толуол переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и добавляют примерно 850 см³ воды, перемешивают. Ополаскивают стакан деионизованной водой и вносят смыв в ту же мерную колбу. Доводят до метки деионизованной водой, перемешивают.

2.2 1 см³ приготовленного раствора помещают в виалу с крышкой и септой.

Отбирают пробу из парофазной части виалы. Время отбора пробы должно составлять 20 секунд.

2.3 Относительную погрешность приготовления контрольного раствора рассчитывают следующим образом.

Θ_1 – погрешность основного вещества – толуола с содержанием основного вещества 99,5 %

$$\Theta_1 = \pm 0,25 \%$$

Θ_2 – погрешность пробоотборного шприца

$$\Theta_2 = \pm 5,0 \%$$

Θ_3 – погрешность колбы вместимостью 1000 см³

$$\Theta_3 = \pm 0,08 \%$$

Θ_4 – погрешность взвешивания стакана с толуолом

$$\Theta_4 = \pm 0,1 \%$$

Суммарная погрешность приготовления раствора:

$$\Theta = \sqrt{\sum \Theta_i^2} = 5,007 \%$$

Погрешность приготовления контрольного раствора $\pm 5,0 \%$.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Хроматограф _____

Зав.номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С

относительная влажность _____ %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра

2 Результаты опробования

3 Результаты определения метрологических характеристик

Наименование характеристики	Результат определения
- чувствительность (отношение сигнал/шум при вводе толуола концентрацией 0,1 мг/мл)	
- разрешение, а.е.м.	
- абсолютная погрешность при измерении отношения массы к заряду (m/z), а.е.м.	

4 Заключение

Поверитель _____