

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



К.В.Тоголинский

20 мая 2016 г.

Хромато-масс-спектрометры газовые

5977B GC/MSD

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2012-2016

л.р.65319-16

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А.Конопелько

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

М.А.Мешалкин

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на хромато-масс-спектрометры газовые 5977B GC/MSD (далее — хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками 1 год.

1. Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

N п/ п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность Проведения	
			до ввода в эксплуатацию и после ремонта	в эксплуатации
1.	Подготовка к поверке	5	да	да
2.	Внешний осмотр и опробование	6.1	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.3	да	да

2. Средства поверки

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

Средства измерений:

- весы лабораторные высокой точности по ГОСТ 53228 с максимальной нагрузкой 20 или 200 г;
- микрошприцы «Газохром –101», объемом $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 25.05-2152-75¹;
- микрошприцы МШ-10М, объемом $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 2.833.106¹;
- колбы мерные типа 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 (ГОСТ 1770-74);
- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2 6-2-5 (ГОСТ 29227-91);

Стандартные образцы для приготовления поверочных растворов:

- стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 9106-2008.

Растворители:

- изоктан эталонный по ГОСТ 1433-83.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хромато-масс-спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих хромато-масс-спектрометр (под контролем поверителя).

¹ допускается применение шприцов других производителей с аналогичными параметрами.

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 4.1. Температура окружающего воздуха от плюс 18 до плюс 25°C.
- 4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°C) не более 80%.
- 4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.
- 4.4. Напряжение питания 220^{+22}_{-33} В.
- 4.5. Частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

5. Подготовка к поверке

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

- приготовлены поверочные растворы согласно указаниям п. 6.3.1.3 и 6.3.2.1 настоящей методики;
- проведена проверка герметичности газовых линий хромато-масс-спектрометра согласно РЭ.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность показывающих приборов;
- 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 программного обеспечения.

6.2.1.1. Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» (Помощь). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» (О программе), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана приведена на рисунке 1 и рисунке 2.

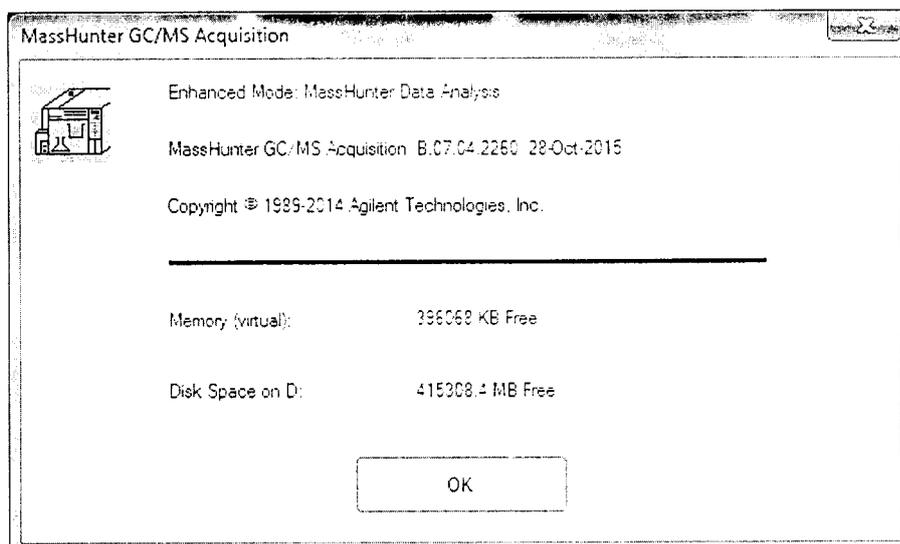


Рис.1. Окно с идентификационными данными программы MassHunter GC/MS Acquisition.

Информация

Control Panel

Панель управления OpenLAB

Версия: 2.1 (Сборка 2.1.0.231)

Подключено к Shared Services вер. 2.1

ОК

Рис. 2. Окно с идентификационными данными программы OpenLab CDS.

6.2.1.2. Хромато-масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии ПО не ниже В.07.00 для MassHunter GC/MS Acquisition и не ниже 2.0 для OpenLab CDS.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение чувствительности (отношения сигнал/шум).

6.3.1.1. Определение выполняется при следующих условиях:

- хромато-масс-спектрометрическая колонка - HP-5MS (5% фенилметилсиликон, 30м/0,25 мм/0,25 мкм);
- вид ионизации – электронный удар;
- ввод пробы осуществляется в режиме «без деления потока»;
- расход газа-носителя (гелия) - 1,2 мл/мин в режиме постоянного потока;
- метод ввода пробы – пульсирующий (создание повышенного давления в испарителе, относительно давления в колонке, при объемном потоке в колонке 1,2 мл/мин);
- давление в испарителе – 175,76 кПа (25 psi);
- температура испарителя – 300 °С;
- температура интерфейса МСД – 250 °С;
- температура источника ионов – 230 °С;
- температура квадруполя МСД – 150 °С;
- режим программирования температуры термостата колонок: 45 °С - 2,25 мин, конечная температура 300 °С – 0 мин; скорость нагрева 40 °С/мин.
- режим стандартного сканирования масс от 50 до 350 а.е.м.
- задержка хроматограммы – 5 минут;
- автоматический выбор области шума;
- область шума – 0,5 минут;
- вид шума – RMS;
- сигнал – высота пика.

6.3.1.2. Определение отношения сигнал/шум проводится после прогрева прибора и проведения автоматической настройки МСД.

6.3.1.3. Для определения отношения сигнал/шум используется контрольный раствор гексахлорбензол/изооктан с концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/л (10 пг/мм³). Методика

приготовления контрольного раствора приведена в приложении А к настоящей программе испытаний.

6.3.1.4. Объем вводимой пробы – 1 мм³.

6.3.1.5. Ввести пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать автосамплер) и с помощью программного обеспечения определить отношение сигнал/шум по иону по m/z 283,8. Результат определения будет выведен в суммарном рапорте результатов. Порядок действий при определении указан в приложении А к настоящей методике.

6.3.1.6. Действия, указанные в п. 6.3.1.5 выполнить еще 4 раза.

6.3.1.7. За значение отношения сигнал/шум принимают наименьшее значение из ряда значений, полученных при выполнении п. 6.3.1.5 и п. 6.3.1.6.

6.3.1.8. Результаты поверки по п.6.3.1 считаются положительными, если отношение сигнал/шум, определенное в п. 6.3.1.7, не менее значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Модель прибора:	Отношение сигнал/ шум
-модель 5977B GC/MSD с турбомолекулярным насосом и высокоэффективным ионным источником	600:1
-модель 5977B GC/MSD с турбомолекулярным насосом и ионным источником с экстракционной линзой	300:1
-модель 5977B GC/MSD с турбомолекулярным насосом или с диффузионным насосом и стандартным ионным источником	100:1

6.3.2 Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.2.1. Определение СКО проводят по контрольному раствору гексахлорбензол/изооктан с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мкг/л (100 пг/мм³). Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении Б к настоящей методике поверки.

6.3.2.2. Условия, при которых проводятся определения, указаны в п. 6.3.1.1.

6.3.2.3. Объем вводимой пробы – 1 мм³.

6.3.2.4. Последовательно ввести пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать автосамплер), зафиксировать время удерживания и площадь пика гексахлорбензола. Повторяют операцию несколько раз до получения пяти достоверных измерений. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21 и ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений. Порядок действий при определении указан в приложении А к настоящей методике.

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

6.3.2.6. Возможно провести расчет СКО вручную по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}}, \% \quad (1)$$

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.

6.3.2.7. Результаты поверки по п.6.3.2 считают положительными, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 8,0 % по площади пика и 3,0 % по времени удерживания.

7. Оформление результатов поверки

7.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении В.

7.2. Хромато-масс-спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Хромато-масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

Порядок действий по получению отчета с использованием программы

MassHunter /Qualitative Analysers :

- Open Data Files (загружаем требуемые сигналы).
- Calculate signal-to-Noise-Hiht-AutoRMS- Automatic noise region detection- Noise region boundary (start time 0 min, end time 10 мин, noise region width 0,0 min) - (рассчитываем отношение сигнал/шум)
- Configuration-Chromatogram Display Option-Peak labels Retention Time/Area (выводим данные о времени удерживания и площади на экран)
- вносим данные в сводный отчет Excel:

RT	Area	Heigth	
7,656	186666,11	179413,28	
7,649	194948,10	176488,50	
7,649	191410,43	170336,48	
7,649	195038,88	169851,99	
7,649	194015,03	170894,15	
Average	7,65	192415,71	173396,88
SD	0,00	3532,72	4299,74
RSD	0,04	1,84	2,48

Методика приготовления контрольных растворов

1. Средства измерений, материалы и реактивы

1.1. Стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 9106-2008.

1.2. Изоктан эталонный по ГОСТ 1433-83.

1.3. Весы аналитические, специального класса точности, с пределом взвешивания от 20 до 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,0005$ г.

1.4. Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³ с притертой пробкой 2-ого класса точности по ГОСТ 1770-74.

1.5. Пипетки вместимостью 1,0 и 10,0 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.

2. Процедура приготовления контрольных растворов

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

2.1.1 Раствор готовят объемно-весовым способом.

2.1.2. На аналитических весах взвешивают 10 мг гексахлорбензола.

2.1.3 Навеску переносят в колбу вместительностью 1000 мл (2 кл., ГОСТ 1770) заполненную приблизительно на 700 мл изоктаном.

2.1.4. Доводят объем смеси в колбе до метки 1000 мл изоктаном.

2.1.5. Полученный раствор «А» имеет массовую концентрацию контрольного вещества 10 мг/л.

2.1.6. Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л гексахлорбензола используется для приготовления контрольных растворов 10 мкг/л (10 пг/мм³) и 100 мкг/л методом последовательного объемного разбавления изоктаном (при необходимости в два этапа).

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

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

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 (1000 см³).

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

ПРОТОКОЛ
Хромато-масс-спектромер 5977В GC/MSD
ЗАВ.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по :
Методике поверки _____

МВИ _____

Средства поверки _____

Условия поверки _____

Температура окружающего воздуха, °С

Относительная влажность окружающего воздуха

Атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

Определение отношения сигнал/шум

№ измерения	Результат определения предела отношения сигнал/шум	Допускаемое значение отношения сигнал/шум, не менее
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Определение относительного СКО выходного сигнала (S_r)

№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Результаты расчета относительного СКО выходного сигнала (по площади пика)

Допускаемое значение (S_r), %, не более	Результат определения значения (S_r), %

Результаты расчета относительного СКО выходного сигнала (по времени удерживания)

Допускаемое значение (S_r), %, не более	Результат определения значения (S_r), %