

**УТВЕРЖДАЮ**



**Заместитель директора  
по производственной метрологии**

 **Н.В. Иванникова**

марта 2018 г.

**Хроматографы газовые TRACE 1300/1310  
с масс-спектрометрическими детекторами Exactive GC**

**Методика поверки**

**МП 205-03-2018**

**г. Москва  
2018 г.**

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые TRACE 1300/1310 с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC (далее – хроматографы), изготавливаемые фирмой "Thermo Fisher Scientific" (Bremen) GmbH, Германия, 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	Проведение операции при поверке	
		Первичной	Периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование	6.2		
Определение отношения сигнал/шум для масс-спектрометрического детектора Exactive GC	6.2.3		
Определение метрологических характеристик:	6.3		
- определение относительного среднеквадратичного отклонения СКО выходного сигнала	6.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	6.3.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений	6.3.3	Нет	Да <sup>2)</sup>

Примечания.

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на МИ, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

<sup>2)</sup> При наличии НД на МИ.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 9106-2008 состава гексахлорбензола;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.;
- микрошприцы «Газохром - 101», вместимостью  $1 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 25.05-2152-75; Микрошприцы МШ-10М, объемом  $10 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 2.833.106;
- микрошприцы «SGE-Chromates» вместимостью  $1 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup> или  $10 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 4321-011-12908609-08;
- колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки 6-2-1, 6-2-2 ГОСТ 29227-91;
- изооктан марки Э1 СТП ТУ COMP 3-042-06;
- колонка капиллярная TR-5ms (SQC) (15 м x 0,25 мм, толщина фазы 0.25 мкм);
- колонка капиллярная TR-5ms (30 м x 0,25 мм, толщина фазы 0.25 мкм).

Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, ГСО - паспорта.

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

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- |  |               |
|--|---------------|
| - температура окружающего воздуха, °С    | от 15 до 27;  |
| - атмосферное давление, кПа              | от 84 до 107; |
| - относительная влажность воздуха, %     | от 30 до 80;  |
| - напряжение питания переменного тока, В | 220±10%       |
| - частота переменного тока, Гц           | 50±1          |

3.2. Подготовку хроматографа газового с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC к поверке выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

3.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, назначение и содержание анализируемых компонентов в которых приведены в таблице 2.

3.4 При проведении поверки хроматографа газового с инжекторами, обеспечивающими шприцевой ввод жидких проб, используют контрольные смеси веществ, указанные в таблице 2. Смеси приготавливают согласно Приложению 1 к настоящей методике поверки или используют готовые.

Таблица 2

МСД	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация компонента (мг/дм <sup>3</sup> )	Объем вводимой пробы (мкл)
Exactive GC	Гексахлорбензол/ изооктан	0,0001	2

### 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности изложены в Руководстве по эксплуатации хроматографов газовых с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC.

### 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с хроматографами газовыми с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC, и изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки, имеющие техническое образование и навыки работы с прибором.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям НД;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа и детектора;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели;
- правильность размещения хроматографа на рабочей поверхности стола в соответствии с РЭ;
- наличие подведенных к хроматографу газовых коммуникаций и подаваемых газов соответствующей требованиям РЭ чистоты.



## 6.2 Опробование

6.2.1 Выполняют пробный ввод контрольной смеси в хроматограф с помощью микрошприца вручную или при помощи автоматического пробоотборника.

6.2.2 Проводят визуальный анализ хроматограммы. Удовлетворительной признаётся хроматограмма, характеризующаяся следующими признаками:

- а) отсутствием неразделенных пиков;
- б) симметричной формой пика контрольного вещества;
- в) временем выхода контрольного вещества в интервале от 2 до 12 мин.

При получении хроматограммы, не удовлетворяющей приведенным выше требованиям, проверяют режимные параметры хроматографа и повторяют операции опробования.

6.2.3 Определение чувствительности (отношение сигнал/шум) масс-спектрометрического детектора.

6.2.3.1 Определение чувствительности (отношение сигнал/шум) проводят в условиях, указанных в п.3. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение чувствительности прибора, задают в соответствии с Руководством по эксплуатации МСД.

6.2.3.2 Контрольный раствор гексахлорбензола приготавливают в соответствии с Приложением 1. После выхода хроматографа с МСД на режим контрольный раствор в соответствии с таблицей 3 вводят вручную шприцом или при помощи автоматического пробоотборника.

Таблица 3

МСД	Режим сканирования	Контролируемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Масса вводимого контрольного вещества	Объем пробы
Exactive GC	режим Scan 200-300 а.е.м., скорость 2 скан/сек, измерение по массе 284	284 а.е.м.	Гексахлорбензол/ изооктан	0,1 пг	2 мкл

6.2.3.3 Значение отношения сигнал/шум определяется путем обработки полученного результата анализа контрольного образца расчетной программой, установленной в системе сбора и обработки данных.

6.2.3.4 Прибор считается выдержавшим поверку, если полученные значения отношения сигнал/шум удовлетворяют требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

МСД	Контрольное вещество/растворитель	Отношение сигнал/шум, не менее	Режим ионизации
Exactive GC	Гексахлорбензол/ изооктан	3000:1	Электронный удар

## 6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.1.1 Вводят в инжектор-испаритель 4 мкл контрольного раствора с помощью микрошприца и воспроизводят на дисплее хроматограмму.

6.3.1.2. Фиксируют время удерживания ( $t_i$ ) и площадь пика контрольного вещества ( $S_i$ ) в единицах указанных в п. 6.2.3.4.

6.3.1.3 Повторяют операции по п.п. 6.3.1 - 6.3.2 десять раз.

6.3.1.4 Относительное СКО выходных сигналов (по времени удерживания и площади пика) вычисляют по формулам (1-2)

$$\delta_s = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (S_i - \bar{S})^2}{n-1}} \quad (1),$$

где  $S_i$  –  $i$ -тое значение площади пика;

$\bar{S}$  – среднее арифметическое значение площади пика;

$n$  – число измерений.

$$\delta_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (t_i - \bar{t})^2}{n-1}} \quad (2),$$

где  $t_i$  –  $i$ -тое значение времени удерживания;

$\bar{t}$  – среднее арифметическое значение времени удерживания;

$n$  – число измерений.

6.3.1.5 Полученные значения относительного СКО выходного сигнала не должны превышать:

- по времени удерживания 2 %;
- по площади пика 5 %.

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа

6.3.2.1 Проводят операции по п. 6.3.1 и определяют средние арифметические значения параметров выходного сигнала (времени удерживания, площади пика).

6.3.2.2 Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по п. 6.3.1 и определяют средние арифметические значения выходного сигнала.

6.3.2.3 Относительное изменение выходного сигнала  $\delta_r$  за 8 часов непрерывной работы ГХ рассчитывают по формуле (3)

$$\delta_r = \frac{|\bar{X}_r - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $\bar{X}, \bar{X}_r$  – средние значения выходного сигнала (площади пика, времени удерживания), измеренные в начале и конце 8-ми часового периода, соответственно.

6.3.2.4 Полученные значения относительного изменения выходного сигнала  $\delta_r$  не должно превышать:

- по площади пиков 3 %;
- по времени удерживания 7 %.

6.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

7.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

7.3 На хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"

С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.

О.Л. Рутенберг



## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА В ИЗООКТАНЕ

### 1 Средства измерений и реактивы

- ГСО 9106-2008 состава гексахлорбензола в изооктаноле;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.;
- колбы мерные типа 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2, ГОСТ 29227-91;
- изооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06.

### 2 Приготовление смесей гексахлорбензола в изооктаноле

#### 2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм<sup>3</sup>.

В бюксе, помещённую на чашку аналитических весов, помещают 10 мг ГСО 9106-2008 состава гексахлорбензола. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл изооктана, после чего выливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

#### 2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм<sup>3</sup>

Отбирают пипеткой 1 мл раствор с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм<sup>3</sup> и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

#### 2.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,001 мг/дм<sup>3</sup>

Отбирают пипеткой 1 мл раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм<sup>3</sup> и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

Контрольный раствор хранению не подлежит.

#### 2.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,0001 мг/дм<sup>3</sup>

Пипеткой отбирают 1 мл раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм<sup>3</sup> и переносят ее в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

Контрольный раствор хранению не подлежит.