

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»
Заместитель
КУСТИКОВ
Дов. № 19
А.Н.Пронин
20.03.2019 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

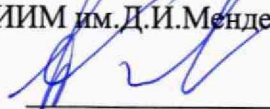
Детекторы масс-селективные

Infinity Lab LC/MSD (модель 6125), Infinity Lab LC/MSD (модель 6135), Ultivo Triple Quad LC/MS (модель 6465), 6420 Triple Quad LC/MS (модель 6420), 6460 Triple Quad LC/MS (модель 6460)


Методика поверки

МП-242-2288-2019

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.В.Колобова

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


М.А.Мешалкин

С. Петербург
2019 г.

Настоящая методика распространяется на детекторы масс-селективные Infinity Lab LC/MSD (модель 6125), Infinity Lab LC/MSD (модель 6135), Ultivo Triple Quad LC/MS (модель 6465), 6420 Triple Quad LC/MS (модель 6420), 6460 Triple Quad LC/MS (модель 6460), далее по тексту, соответственно - модели 6125, 6135, 6465, 6420, 6460 и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Цифровое обозначение модели расположено на задней стенке корпуса детектора. Допускается добавление одной или двух букв английского алфавита к цифровым обозначениям моделей детекторов, относящихся к логистическим данным изготовителя. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Подготовка к поверке	5	Да	Да
Внешний осмотр и опробование	6.1	Да	Да
Проверка соответствия ПО	6.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.3	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие средства поверки

2.2.1. Основные средства поверки:

- стандартный образец состава левомицетина ГСО 10165-2012.

2.2.2. Вспомогательные средства поверки:

- метанол для хроматографии кв. «хч» по ТУ 6-09-1709-77 (используется в качестве растворителя);

- меры вместимости: пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, колбы наливные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные).

- весы лабораторные высокой точности по ГОСТ 53228-2008 с максимальной нагрузкой 20 или 200 г;

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

2.2.4. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, а ГСО и химические реактивы - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие методику поверки и имеющие удостоверение поверителя.

Для снятия данных при поверке допускается участие сервис-инженера фирмы-изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего детектор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 30 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

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

- приготовлены поверочные растворы согласно требованиям п. 6.3.1.1.1 и 6.3.1.2.1 настоящей методики поверки;
- параметры детектора должны быть установлены в соответствии с руководством по эксплуатации.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр и опробование.

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

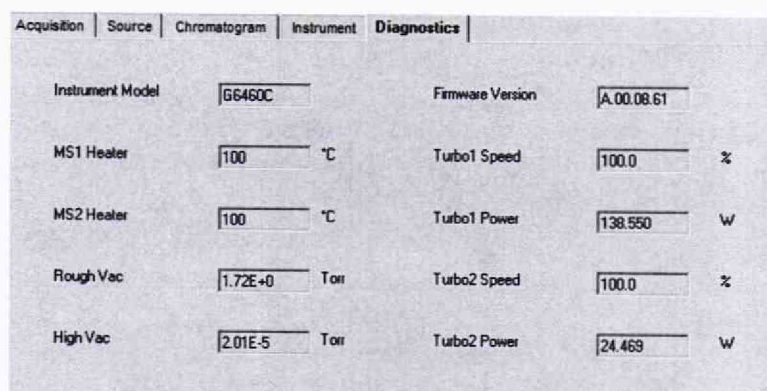
- отсутствие механических повреждений корпуса;
- четкость маркировки.

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 встроенного программного обеспечения.

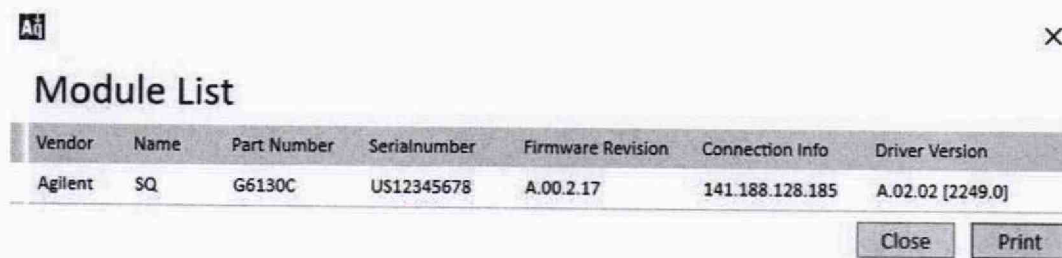
6.2.1.1. В том случае если детектор управляется с помощью автономного ПО MasHunter, версия встроенного ПО отображается на вкладке Diagnostics в окне Firmware Version. Вид вкладки показан на рисунке 1.



Instrument Model	Value	Unit	Firmware Version	Value	Unit
Instrument Model	G6460C		Firmware Version	A.00.08.61	
MS1 Heater	100	°C	Turbo1 Speed	100.0	%
MS2 Heater	100	°C	Turbo1 Power	138.550	W
Rough Vac	1.72E+0	Torr	Turbo2 Speed	100.0	%
High Vac	2.01E-5	Torr	Turbo2 Power	24.469	W

Рисунок 1 - Вкладка Diagnostics с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.1.2. В том случае если детектор управляется с помощью автономного ПО OpenLab CDS, версия встроенного ПО отображается в окне Module List в столбце Firmware Revision. Вид окна показан на рисунке 2.



Vendor	Name	Part Number	Serialnumber	Firmware Revision	Connection Info	Driver Version
Agilent	SQ	G6130C	US12345678	A.00.2.17	141.188.128.185	A.02.02 [2249.0]

Рисунок 2 – Окно Module List с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.1.3. В том случае если детектор управляется с помощью автономного ПО OpenLab CDS Chemstation Edition, версия встроенного ПО отображается в окне Module List в нижней строке в столбце Firmware Revision. Вид окна показан на рисунке 3.

Module List

Vendor	Name	Part Number	Serialnumber	Firmware Revision	Connection Info	Driver Version	Additional Information
Agilent	DAD	G7115A	DEAC604731	D.07.23 [0009]	192.168.254.11	A.02.19 SI 14.5	
Agilent	Multisampler	G7167B	DEBA501575	D.07.23 [0009]	192.168.254.11	A.02.19 SI 14.5	Access Point Thermostat : 20448:DEBAT14940 Rev. 30
Agilent	Column Comp.	G7116B	DEBA403331	D.07.23 [0009]	192.168.254.11	A.02.19 SI 14.5	Slave Firmware: C.07.20 [0002]
Agilent	Binary Pump	G7120A	DEBA202373	B.07.23 [0009]	192.168.254.11	A.02.19 SI 14.5	
Agilent	G6135B MSD	G6135B	SG1730P005	3.02.50	192.168.254.12		

Configuration as of last online instrument connection

Close Print

Рисунок 3 – Окно Module List с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.1.4. Детектор считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии встроенного ПО:

- не ниже A.00.06 для Mass Hunter;
- не ниже A.00.2.00 для OpenLab CDS;
- не ниже 3.01.00 для OpenLab CDS Chemstation Edition.

6.2.2. Определение номера версии автономного программного обеспечения

6.2.1.1. Окно с номером версии ПО Mass Hunter выводится на дисплей с помощью команды Help⇒About. Вид окна приведен на рисунке 3.

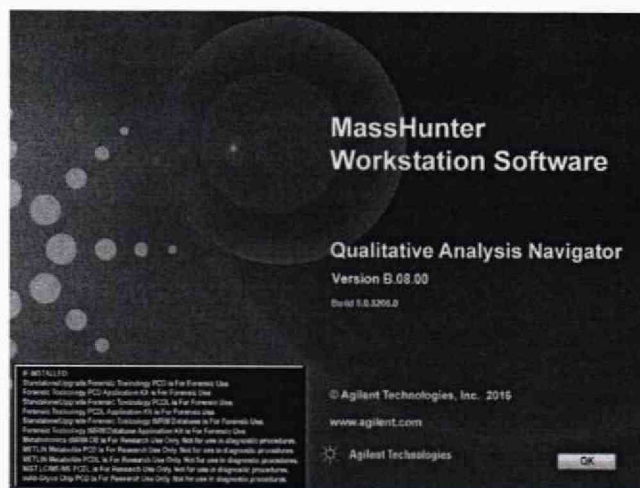


Рисунок 3 – Вид окна в версии ПО Mass Hunter.

6.2.1.2. Окно с номером версии ПО выводится на дисплей с помощью команды Help⇒About. Вид окна приведен на рисунке 4.

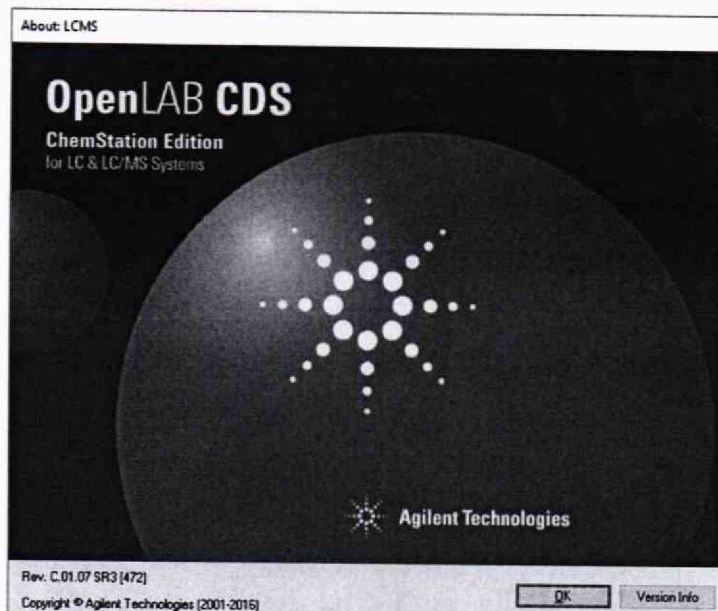


Рисунок 4 - Вид окна в версии ПО OpenLab CDS Chemstation Edition

6.2.1.3. Проверка соответствия метрологически значимых частей ПО OpenLab CDS осуществляется следующим образом. В главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Помощь» или «?» (Help). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «О программе» (About), в результате чего откроется окно, в котором приведен номер версии для Control Panel (рисунок 5).

Для вывода окон метрологически значимых частей ПО OpenLab CDS - OpenLab CDS Acquisition (рис.6) и OpenLab CDS Data Analysis (рис. 7) нужно выполнить следующие действия: В окне «Панель Управления» выбрать в списке «Приборы», в списке приборов выбрать поверяемый прибор (его условное обозначение) и нажать функцию «Запуск». В открывшемся окне прибора выбрать функции «Сбор данных» (Acquisition) или соответственно «Обработка данных» (Data Analysis).

В открывшихся окнах выбранных функций выбрать закладку «Файл» и из списка выбрать строку «Информация» для вывода окон указанных на рис.6 или рис. 7.

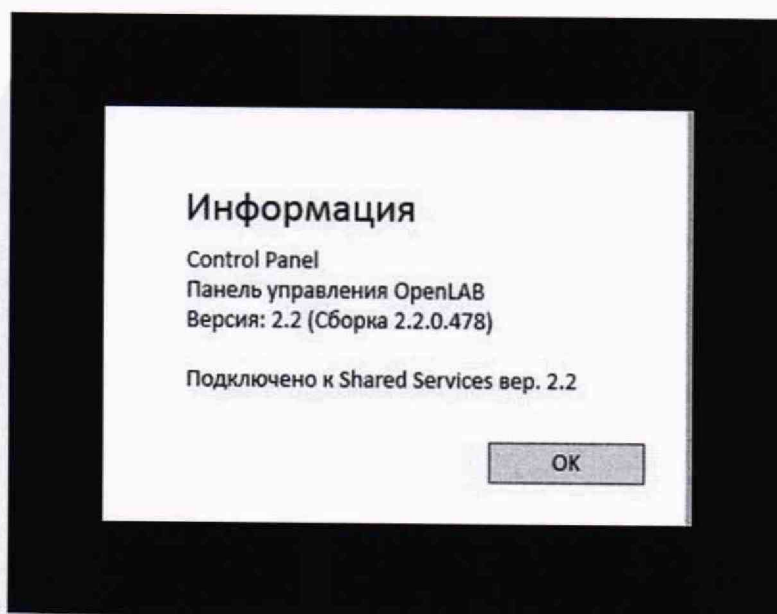


Рисунок 5 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab

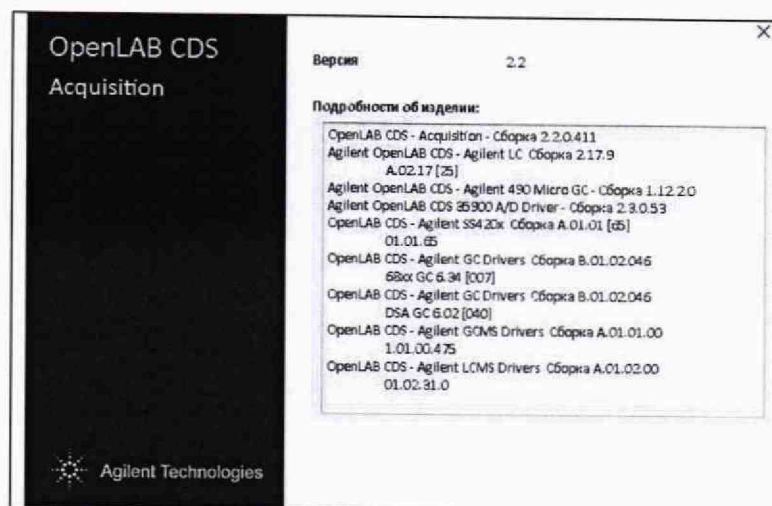


Рисунок 6 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Acquisition

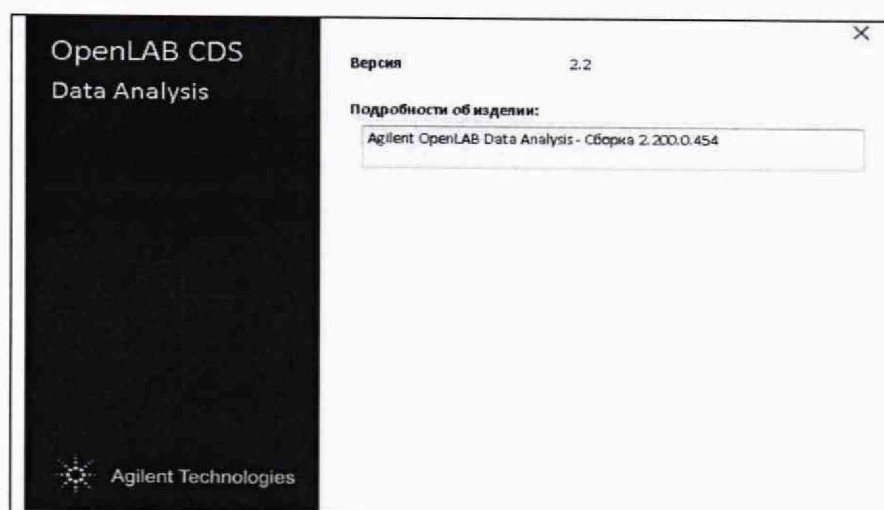


Рисунок 7 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Data Analysis

6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1. Определение чувствительности (отношение сигнал/шум)

6.3.1.1. Модели 6125 и 6135

6.3.1.1.1. Ввести 2 мкл контрольного раствора с массовой концентрацией 50 пг/мкл левомецетина в метаноле в прибор и с помощью программного обеспечения определить отношение сигнал/шум для m/z 321 (в режиме ионизации электроспреем с источником ионов ESI или ESI/AJS, в режиме регистрации SIM). В расчете используется среднееквадратическое значение шума (RMS).

6.3.1.1.2. Повторить действия, указанные в п.6.3.1.1.1 еще два раза.

6.3.1.1.3. Результаты поверки по п 6.3.1.1 считаются положительными, если в серии из трех определений, наименьшее значение отношения сигнал/шум не менее 50.

6.3.1.2. Модели 6465, 6420 и 6460.

6.3.1.2.1 Ввести 2 мкл контрольного раствора с массовой концентрацией 0,5 пг/мкл левомецетина в метаноле в прибор и с помощью программного обеспечения определить отношение сигнал/шум для перехода m/z 321,2 \rightarrow 152,0 (в режиме ионизации электроспреем при отслеживании множественных реакций (MRM)). В расчете используется среднееквадратическое значение шума (RMS).

6.3.1.2.2. Повторить действия, указанные в п.6.3.1.2.1 еще два раза.

6.3.1.2.3. Результаты поверки по п 6.3.1.2 считаются положительными, если в серии из трех определений наименьшее значение отношения сигнал/шум не менее, чем указано в таблице 2.

Таблица 2 - Отношение сигнал/шум

модель 6465 (с источником ионов ESI/AJS)	3000
модель 6465 (с источником ионов ESI)	600
модель 6420 (с источником ионов ESI)	250
модель 6460 (с источником ионов ESI/AJS)	1000

6.3.2 Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.2.1. Определение СКО выходного сигнала проводят по контрольному раствору с массовой концентрацией 0,5 пг/мкл левомицетина в метаноле (для моделей 6465, 6420 и 6460) и 50 пг/мкл левомицетина в метаноле (для моделей 6125 и 6135).

6.3.2.2. Объем вводимой пробы – 2 мкл.

6.3.2.3. Последовательно ввести пробу в прибор и зафиксировать время удерживания и площадь пика левомицетина. Повторяют операцию пять раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21; ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

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

6.3.2.5. Возможно провести расчет СКО вручную по формуле:

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

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.

6.3.2.6. Результаты поверки по п.6.3.2 считаются положительными, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 8,0 % по площади пика и 2,0 % по времени удерживания.

7. Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Детектор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3. Детектор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель детектора (под названием) и (или) на свидетельство о поверке.

Методика приготовления поверочных растворов

1. Для приготовления поверочного раствора применяют следующее оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91.
- ГСО 10165-2012 Стандартный образец состава левомецетина.
- Метанол для хроматографии кв. «ХЧ» по ТУ 6-09-1709-77.
- Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

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

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску левомецетина (1,0±0,1) мг, доводят до метки метанолом. Срок хранения 7 дней в холодильнике.

3. Приготовление растворов 0,5 пг/мкл и 50 пг/мкл

Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л левомецетина используется для приготовления поверочного раствора 0,5 мкг/л (0,5 пг/мм³) методом последовательного объемного разбавления метанолом (при необходимости в два этапа).

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

$$C_{li} = C_{oi} \cdot \frac{V_{oi}}{V_k}, \quad (a.1)$$

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

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

4. При использовании средств измерений, стандартных образцов и реактивов, указанных в п.1. настоящего приложения, относительная погрешность поверочного раствора, приготовленного по данной методике, не превышает ±5 %.