

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. генерального директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



А.Н.Пронин

10.11.2020 г.

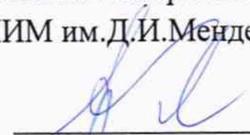
Государственная система обеспечения единства измерений

Хромато-масс-спектрометры газовые GCMS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2387-2020

И.о. 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

2020 г.

Перечень принятых сокращений:

ГХМС – газовый хромато-масс-спектрометр

ДТП – детектор по теплопроводности

ПИД – пламенно-ионизационный детектор

ДЭЗ – детектор электронного захвата

ПФД-S – пламенно-фотометрический детектор в режиме регистрации серы

ПФД-R – пламенно-фотометрический детектор в режиме регистрации фосфора

ТИД- термоионный детектор

МСД- масс-спектрометрический детектор

СО – стандартный образец

СИ – средство измерения

СКО – среднее квадратичное отклонение

ПО – программное обеспечение

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры газовые GCMS, модели: GCMS-TQ8040, GCMS-TQ8040 NX и GCMS-QP2020 NX, изготавливаемые фирмой SHIMADZU CORPORATION», Япония, и фирмой SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING INC., США, и устанавливает методику их первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверки.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	5.1	Да	Да
Опробование	5.2	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения	5.3	да	да
Определение метрологических характеристик:	5.4		
Определение отношения сигнал/шум	5.4.1	да	да
Определение предела детектирования	5.4.2	да	да
Определение относительного среднего квадратического отклонения параметров выходных сигналов	5.4.3	да	да
Определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы	5.4.4	да	да

1.2 Методикой поверки допускается проведение поверки меньшего количества детекторов из состава хроматографа с обязательным указанием в свидетельстве о поверке сведений о поверенных детекторах.

2 Средства поверки

2.1 Средства измерений и стандартные образцы:

- весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1—2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг, НПВ 200 г;
- микрошприцы «Газохром - 101», вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ25.05-2152-75; Микрошприцы МШ-10М, объемом $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 2.833.106;
- микрошприцы «SGE» вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³ или $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 4321-011-12908609-08;
- ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола;
- ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане;
- ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана);
- ГСО 7289-96 состава гексадекана.

2.2 Вспомогательное оборудование и материалы:

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

- пипетки по ГОСТ 29227-91 класс точности 2, вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10,0 см³;

- колбы мерные по ГОСТ 1770-74 класс точности 2, вместимостью 50, 100, 200, 500, 1000 см³.

2.3 Растворители:

- гексан марки х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98;

- изооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06.

2.4 Колонки хроматографические капиллярные:

- SH-Rxi-5MS, 30 м x 0,25 мм x 0,25 мкм. (для испытаний МСД);

- HP -5, 30 м x 0.32 мм x 0.5 мкм (для испытаний ПИД, ДТП);

- HP-5MS, 30м x 0.25 мм x 0.25 мкм (для испытаний ЭЗД);

- SPB-5, 30 м x 0.32 мм x 0.25 мкм (для испытаний ТИД, ПФД).

2.5 Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик хромато-масс-спектрометра с требуемой точностью.

2.6 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы — действующие паспорта установленного образца.

3 Требования к квалификации поверителя

3.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие методику поверки и прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

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

4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены условия, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Условия поверки

- температура окружающего воздуха, °С	от 18 до 28;
- относительная влажность воздуха, %	не более 70;

4.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные процедуры:

- хромато-масс-спектрометры подготавливают к работе в соответствии с Руководством по его эксплуатации;

- приготавливают контрольные растворы по методике, изложенной в приложении А.

4.3 При проведении поверки соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.2.007.0-75.

5 Проведение поверки

5.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре проверяют:

- соответствие маркировки хромато-масс-спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность хромато-масс-спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Хромато-масс-спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

5.2 Опробование

5.2.1 Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

5.3 Проверка соответствия программного обеспечения

5.3.1 Проверка версии встроенного программного обеспечения (ROM version)

После включения ПО GCMS Solution в окне GCMS Solution Real time Analysis (ГХМС анализ в реальном времени) выбрать System Configuration (рисунок 1). В открывшемся окне System Configuration (рисунок 2) для проверки ROM version масс-спектрометра выбрать кнопку MS, для проверки ROM version хроматографа выбрать кнопку GC-2010 для модели хромато-масс-спектрометра GCMS-8040 или кнопку GC-2030 для моделей GCMS-8040 NX и GCMS-2020 NX. На рисунке 3 представлена версия встроенного ПО (ROM version) масс-спектрометра, на рисунке 4 – версия встроенного ПО (ROM version) хроматографа.

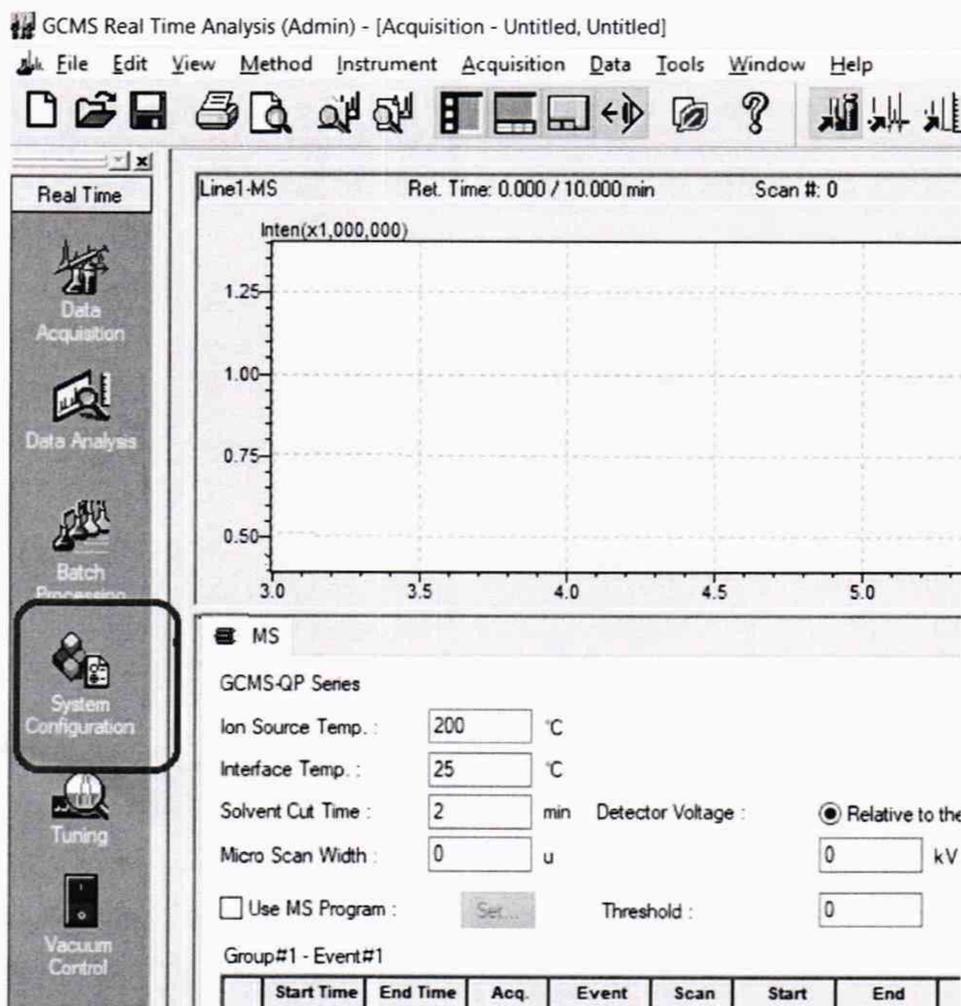


Рисунок 1 – Окно GCMS Solution Real time Analysis (ГХМС анализ в реальном времени)

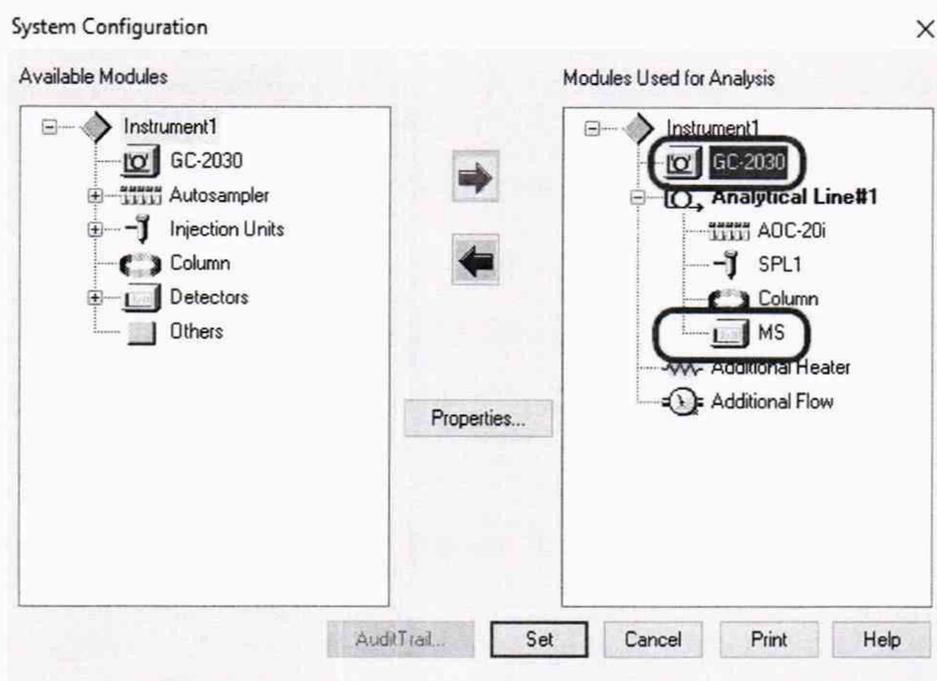


Рисунок 2 – Окно System Configuration (Конфигурация системы)

Modules of Analytical Line#1

SPL1 Column MS

Name : MS

Detector Type : MS

Serial # : O21155400640AE ROM Version : 1.10

Model : Dual Stage TMP (TQ8040) Manufactured Year-Month : 2016-05

Unit ID :

Use CID Gas CID Gas (Initial value of tuning) : 200 kPa

Interface

Heat Port : DET1 Max Temp. : 350 °C

Ion Source

Type : EI

Temperature : 200 °C

Reagent Gas

Port1 : None

Port2 : None

Рисунок 3 - Версия встроенного программного обеспечения (ROM version) масс-спектрометра.

GC-2030

General Device Information CRG/Relays Unit Position Helium Purifiers

Serial Number: O21765600009A

ROM version: 1.00

Unit ID:

Flow Controller ROM version

	Type	ROM version
Flow Controller 1:	None	
Flow Controller 2:	AFC(SPL)	1.07
Flow Controller 3:	AFC(SPL)	1.04
Flow Controller 4:	None	
Flow Controller 5:	None	
Flow Controller 6:	None	

Рисунок 4 - Версия встроенного программного обеспечения (ROM version) хроматографа.

5.3.2 Проверка версии автономного программного обеспечения

5.3.2.1 Проверка версии ПО GCMSsolution

В главном окне программы GCMSsolution в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» (Помощь). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» (О программе), в результате откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии (рисунок 5).

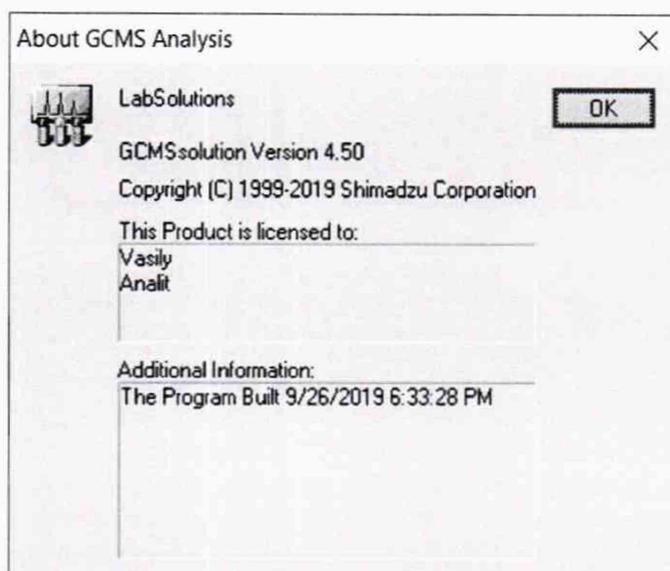


Рисунок 5 - Окно с идентификационными данными ПО GCMSsolution.

5.3.2.2 Проверка версии ПО LabSolutions

В главном окне программы LabSolutions в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке About, в результате откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Пример окна с номером версии программного обеспечения приведен на рисунке 6.

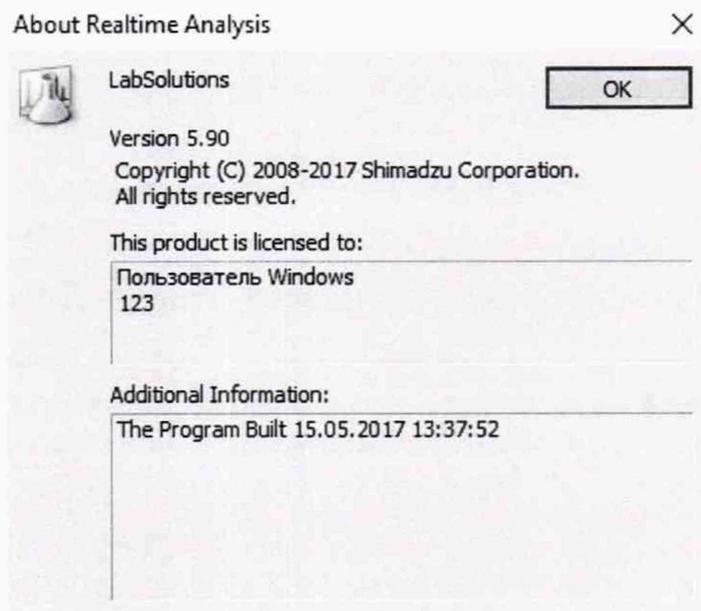


Рисунок 6 - Окно с идентификационными данными ПО LabSolutions

Хромато-масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 5.3, если номера версий ПО не ниже, чем указано в таблице 3. К номеру версии автономного ПО относятся три значащие цифры (одна до точки и две после точки); буквенно-цифровые обозначения, которые могут быть приведенные после третьей цифры, к идентификационным данным метрологически значимой части ПО не относятся.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение			
	Встроенное ПО		Автономное ПО	
	масс-спектро- метр	хроматограф		
Идентификационное наименование ПО	ROM-version	ROM-version	GCMSsolution	LabSolutions
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.10	1.00	4.50	5.90
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-	-

5.4. Определение метрологических характеристик.

Параметры хромато-масс-спектрометров для определения метрологических характеристик приведены в Таблице 4.

Параметры хроматографа устанавливаются в соответствии с руководством по эксплуатации.

Таблица 4- Параметры хромато-масс-спектрометров

Наименование параметра	Значение		
	GCMS- QP2020 NX	GCMS- TQ8040	GCMS- TQ8040 NX
Газ-носитель	гелий		
Режим потока газа	Постоянный поток		
Расход газа-носителя	50 мл/мин		
Температурная программа термостата колонки	50 °C (1 мин.) → 40°C/мин. до 200 °C → 15 °C/мин. до 280 °C (1 мин.)		
Температура испарителя	250 °C		
Режим работы испарителя	Splitless (без деления потока пробы)		
Источник ионизации	Электронная ионизация (EI)		
Температура источника	200 °C		
Температура интерфейса	250 °C		
Энергия электронов	70 эВ		
Режим работы масс-спектрометра	SCAN	MRM	MRM
Контрольный раствор гексахлорбензола в гексане, массовая концентрация гексахлорбензола, пг/мкл:			
– для определения отношения сигнал/шум	10	1	1
– для определения относительного СКО	100	10	10
Регистрация сигнала в режиме SCAN, m/z	284		
Регистрация сигнала в режиме мониторинга множественных реакций (MRM), m/z:			
- родительский ион (precursor ion)	-		284*
- дочерний ион (product ion)	-		213*
Энергия соударительной ионизации (CE), эВ	-		28**
Соударительный газ	-		Аргон
Давление соударительного газа, кПа	-		200
- задержка включения филамента на время выхода растворителя, мин			3,0
Диапазон сканирования m/z	200-300	-	-
Время сканирования (event time)			200 мс
Напряжение детектора, кВ			

Наименование параметра	Значение		
	GCMS-QP2020 NX	GCMS-TQ8040	GCMS-TQ8040 NX
- для определения отношения сигнал/шум	Не более 2,2	2,5	
- для определения СКО	Не более 2,2	Не более 2,2	
Объем вводимой пробы, см ³	10 ⁻³		
<p>*) допускается использовать оптимизированную с помощью ПО величину m/z (с точностью до десятых долей)</p> <p>***) допускается использовать оптимизированную с помощью ПО величину энергии соударения, отличную от указанного значения</p>			

5.4.1 Определение отношения сигнал/шум (масс-спектрометрический детектор)

Для определения отношения сигнал/шум используют поверочные растворы гексахлорбензола (ГХБ) в гексане с концентрацией 10 пг/мкл для модели GCMS-QP2020NX и 1 пг/мкл для моделей GCMS-TQ8040 и GCMS-TQ8040 NX. Методика приготовления поверочных растворов приведена в приложении А.

5.4.1.1 Определение отношения сигнал/шум для модели GCMS-QP2020NX

В испаритель хроматографа вводят 1-мкл поверочного раствора ГХБ в гексане с концентрацией 10 пг/мкл. Дозирование осуществляют с помощью микрошприца или автодозатора. Количество дозирования – не менее трех. Значение отношения сигнал/шум определяют автоматически с помощью специальной системы обработки данных программного обеспечения (по алгоритму RMS). Порядок действий при определении указан в приложении Б к настоящей методике.

5.4.1.2 Определение отношения сигнал/шум для моделей GCMS-TQ8040 NX и GCMS-TQ8040

В испаритель хроматографа вводят 1-мкл поверочного раствора ГХБ в гексане с концентрацией 1 пг/мкл. Дозирование осуществляют с помощью микрошприца или автодозатора. Количество дозирования – не менее трех. Значение отношения сигнал/шум определяют автоматически с помощью специальной системы обработки данных программного обеспечения (по алгоритму RMS). Порядок действий при определении указан в приложении Б к настоящей методике. Полученный в соответствии с приложением Б результат следует разделить на поправочный коэффициент, равный 30, для приведения значения отношения сигнал/шум к 30 фг гексахлорбензола.

5.4.1.3 Результаты поверки считаются положительными, если полученное значение отношения сигнал/шум не менее 1000.

5.4.2 Определение предела детектирования дополнительных детекторов (ДТП, ПИД, ЭЗД, ПФД, ТИД)

5.4.2.1. Устанавливают параметры хроматографа в соответствии с руководством по эксплуатации.

5.4.2.2 При проведении поверки дополнительных детекторов используют контрольные растворы веществ, указанные в таблице 5. Растворы готовят согласно Приложению В к настоящей методике поверки или используют готовые.

Таблица 5 – Контрольные растворы

Детектор	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм ³	Объем вводимой пробы, мкл
ДТП	Гексадекан/гексан	1000	1
ПВД	Гексадекан/гексан	100	1
ПФД	метилпаратион/гексан	10	1
ЭЗД	Линдан/гексан	0,05	1
ТИД	Метафос/гексан	10	1

5.4.2.3 Вводят в инжектор-испаритель не менее пяти раз вручную микрошприцом или с помощью автодозатора 1 мкл контрольного раствора в соответствии с таблицей 5.

Измеряют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала на участке хроматограммы, предшествующем выходу контрольного вещества. Уровень флуктуационных шумов (Δ_x) принимают равным максимальной амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с (при этом единичные выбросы не учитываются).

При определении уровня флуктуационных шумов с помощью программного обеспечения LabSolutions используют следующие параметры:

- выбор области шума – ручной;
- область шума – не более 0,5 минуты;
- алгоритм расчета шума – RMS.

Измеряют площадь пика выходной сигнала контрольного вещества, рассчитывают среднее значение \bar{S} . Можно использовать среднее значение площади пика контрольного вещества, полученное в п. 5.4.3 для соответствующего детектора.

5.4.2.4 Предел детектирования C_{min} , для ДЭЗ рассчитывают по формуле 1, для ДТП – по формуле 2, для остальных детекторов – по формуле 3:

$$C_{min} = \frac{2\Delta_x * G}{\bar{S}}, \quad (1),$$

$$C_{min} = \frac{2\Delta_x * G}{\bar{S} * V_{гн}}, \quad (2),$$

$$C_{min} = \frac{k_1 * 2\Delta_x * G}{\bar{S}}, \quad (3),$$

где \bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика, мкВ·с;

Δ_x – уровень флуктуационных шумов, мкВ;

G – масса контрольного компонента, г;

$V_{гн}$ – расход газа-носителя, см³/с;

k_1 – коэффициент, учитывающий содержание углерода в гексадекане, равный 0,85, фосфора и серы в метафосе, равный соответственно 0,118 и 0,122.

Массу контрольного компонента G определяют по формуле 4:

$$G = \frac{V * C}{K_s + 1}, \quad (4)$$

где C – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм³,

V – объем введенной пробы, см³,

k_s – коэффициент деления потока газа при подаче пробы в инжектор хроматографа (ratio), $k_s=0$, если проба подается без деления потока.

Расхода газа-носителя $V_{гн}$, (см³/с) при подключении капиллярной колонки к детектору ДТП определяют по формуле (5):

$$V_{гн} = \frac{V_1 + V_2}{60}, \quad (5)$$

где V_1 - скорость потока газа-носителя через капиллярную колонку, см³/мин.;

V_2 - скорость потока поддувочного газа в детектор ДТП (make up gas), см³/мин.

5.4.2.5 Найденные значения предела детектирования (C_{min}) не должны превышать значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6 – Пределы детектирования

Предел детектирования, не более:	
ПИД, по гексадекану, г(С)/с	$1,2 \cdot 10^{-12}$
ДТП, по гексадекану, г/см ³	$1,9 \cdot 10^{-9}$
ЭЗД, по линдану, г/с	$1 \cdot 10^{-14}$
ТИД, по метилпаратиону, г(Р)/с	$1 \cdot 10^{-14}$
ПФД, по метилпаратиону, г(Р)/с	$1,9 \cdot 10^{-13}$
г(С)/с	$3,7 \cdot 10^{-12}$

5.4.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения параметров выходных сигналов

Определение относительного СКО параметров выходных сигналов проводят с помощью контрольных растворов, приведенных в п. 5.4.1.1 и таблице 5, приготовленных в соответствии с Приложениями А и В. Контрольный раствор вводят не менее пяти раз. Измеряют параметры выходных сигналов (время удерживания и площадь пиков). Для каждого параметра вычисляют среднее арифметическое значение.

5.4.3.2 С помощью программного обеспечения прибора или таблиц EXCEL вычисляют относительное СКО выходных сигналов по площади пика и времени удерживания.

5.4.3.4 Возможно провести расчет относительного СКО вручную по формулам:

- относительного СКО площади пика (σ_s):

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

- относительного СКО времени удерживания (σ_t):

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где \bar{S} и S_i – среднее арифметическое и i -тое значение площади пика соответственно;

\bar{t} и t_i – среднее арифметическое и i -тое значение времени удерживания;

n – число измерений, $n \geq 5$.

5.4.3.5 Полученные значения σ_s и σ_t не должны превышать значений, приведенных в таблице 7.

Таблица 7 – Относительное СКО выходных сигналов

Наименование детектора	Относительное СКО выходных сигналов, %			
	σ_t		σ_s	
	автоматическое дозирование	ручное дозирование	автоматическое дозирование	ручное дозирование
GCMS-QP2020 NX	0,5	1	5	8
GCMS-TQ8040	0,5	1	4	7
GCMS-TQ8040 NX	0,5	1	4	7
ПИД	0,2	1	3	4
ДТП	0,2	1	3	4
ЭЗД	0,3	1	4	6
ПФД	0,3	1	5	6
ТИД	0,3	1	4	6

5.4.4 Определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы (выполняется только для детекторов ДТП, ПИД, ПФД, ЭЗД, ТИД).

Через 4 часа после определения относительного СКО (%) выходных сигналов проводят повторную серию из двух измерений. Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа (δ , %) рассчитывают по формуле 8:

$$\delta(\%) = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \times 100, \quad (8)$$

где: \bar{X} - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) в последних двух измерениях первой серии.

\bar{X}_t - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) во второй серии.

Значения относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа не должны превышать значений, указанных в таблице 8.

Таблица 8 - Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Детектор	Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы (δ), %, не более	
	При автоматическом дозировании	При ручном дозировании
ПИД, ДТП	±4	±5
ПФД, ТИД	±5	±6
ЭЗД	±6	±7

6 Оформление результатов поверки

6.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в виде протокола по форме, установленной в организации, проводящей поверку.

6.2 Хромато-масс-спектрометр, 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 подтверждения соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

6.3 Хромато-масс-спектрометр, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается, и на него выдается извещение о непригодности.

6.4 Знак поверки наносится на лицевую панель хроматографа и (или) на свидетельство о поверке.

Приложение А

Методика приготовления контрольных растворов для поверки масс-спектрометрического детектора

Настоящая методика устанавливает процедуру приготовления контрольных растворов гексахлорбензола в гексане.

1 Средства измерений, материалы и реактивы

1.1 ГСО 7495-98 состава пестицида гексахлорбензола.

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

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

1.4 Весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1—2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг, НПВ 200 г;

1.5 н-Гексан "химически чистый", ТУ 2631-003-05807999-98.

1.6 изооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06

2. Процедура приготовления контрольных растворов

2.1 Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

2.2 Температура окружающей среды при приготовлении раствора не должна изменяться более, чем на 2 °С.

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

2.3.1 Раствор готовят объемно-весовым способом.

2.3.2. На аналитических весах взвешивают 10 мг гексахлорбензола.

2.3.3 Навеску переносят в колбу вместимостью 1000 мл (2 кл., ГОСТ 1770) заполненную приблизительно на 700 мл гексаном.

2.3.4. Доводят объём смеси в колбе до метки гексаном.

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

2.3.6. Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л гексахлорбензола используется для приготовления поверочных растворов 1 мкг/л (1 пг/мкл), 10 мкг/л (10 пг/мкл) и 100 мкг/л (100 пг/мкл) методом последовательного объемного разбавления гексаном (при необходимости в два этапа).

Для проведения измерений на ХМС модели GCMS-QP2020NX потребуются растворы с массовыми концентрациями 10 мкг/л (10 пг/мкл) и 100 мкг/л (100 пг/мкл).

Для проведения измерений на ХМС моделей GCMS-TQ8040/TQ8040NX потребуются растворы с массовыми концентрациями 1 мкг/л (1 пг/мкл) и 10 мкг/л (10 пг/мкл).

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

$$C_{li} = C_{oi} \frac{V_{oi}}{V_k} \quad (\text{A.1})$$

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 (1000 см³).

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

2.4 Хранение растворов

Растворы хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 °С до 8 °С.

Перед введением в хромато-масс-спектрометр растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 1 часа. Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней.

Приложение Б

Основной порядок действий при работе с программой GCMS solution real time:

1. Открыть метод (или создать метод при его отсутствии)
2. Заполнить окно паспорта пробы
3. Установить образец в автосемплер (или подготовить шприц с пробой)
4. Нажать кнопку «Start».
5. После окончания измерений сохранить результат в файле.
6. Для расчета отношения сигнал/шум необходимо использовать программу обработки результатов GCMS Solutions postrun и выполнять все действия согласно руководству пользователя на проведение расчетов в программе.
Выбор области шума – ручной; на плоской части линии шума не имеющей выбросов;
- область шума – не более 0,5 минуты;
- алгоритм расчета шума – RMS;
- сигнал – высота пика;
7. Для расчета СКО выходного сигнала использовать электронные таблицы EXCEL или программное обеспечение к прибору.

Приложение В

Методика приготовления контрольных растворов для дополнительных детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ПФД, ТИД, в случае комплектации хромато-масс-спектрометра данными детекторами

1 Средства измерений, посуда, реактивы

ГСО 7289-96 состава гексадекана;

ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане;

ГСО 8890-2007 состава гамма-ГХЦГ (линдана)

Весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1—2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг, НПВ 200 г;

Микрошприцы "Газохром - 101", вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ25.05-2152-75;

Микрошприцы "SGE" вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³ или $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 4321-011-12908609-08;

Пипетки по ГОСТ 29227-91 класс точности 2, вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10,0 см³;

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74 класс точности 2, вместимостью 50, 100, 200, 500, 1000 см³.

2 Приготовление растворов для поверки детекторов дтп, пид, пфд, эзд, тид

2.1 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³.

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 50 мг гексадекана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

Раствор гексадекана в гексане используют для поверки ХМС с детектором по теплопроводности (ДТП).

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней.

2.1.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана 100 мг/дм³

Отбирают с помощью пипетки 5 мл раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном. Раствор гексадекана в гексане используют для поверки хроматографов с детекторами ПИД.

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней.

2.1.3 Для поверки ХМС с детекторами ТИД, ПФД используют ГСО 11056-2018 состава метафоса (метилпаратиона) с массовой концентрацией метафоса 10 мг/дм³ либо готовят аналогичный раствор разбавлением указанного стандартного образца с большей концентрацией.

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 10 дней.

2.1.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией линдана 10 мг/дм³.

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, помещают 5 мг ГСО 7889-2001 состава линдана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

2.1.4.1 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией линдана 0,05 мг/дм³.

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора с массовой концентрацией линдана 10 мг/дм^3 и переносят её в мерную колбу вместимостью 200 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

Раствор линдана в гексане предназначен для поверки ХМС с детектором ЭЗД.

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 10 дней.