

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хроматомасс-спектрометры времяпролетные LECO моделей TruTOF, PegasusHT, Pegasus4D, PegasusHRT, CitiusHRT

Назначение средства измерений

Хроматомасс-спектрометры времяпролетные LECO моделей TruTOF, PegasusHT, Pegasus4D, PegasusHRT, CitiusHRT (далее – хроматомасс-спектрометры) предназначены для измерения масс (массовых чисел) химических элементов при анализе смесей органических соединений.

Описание средства измерений

Принцип действия основан на хроматографическом разделении компонентов пробы; ионизации молекул (элюируемых из хроматографической колонки), происходящей в источнике ионов масс-спектрометра; разделении образующихся в процессе ионизации и фрагментации ионов в соответствии с их отношением массы к заряду (m/z); регистрации соответствующих ионов.

Конструктивно хроматомасс-спектрометры состоят из устройства, предназначенного для автоматического ввода пробы, хроматографа, времяпролетного масс-спектрометра и программного обеспечения ChromaTOF, предназначенного для управления прибором, регистрации и обработки данных.

Компоненты анализируемой смеси предварительно разделяются на хроматографической колонке и попадают в источник ионов масс-спектрометра. Ионы, образовавшиеся в источнике ионов, выталкиваются из него посредством приложенного электрического импульса к выталкивающему электроду. Разность электрических потенциалов между выталкивающим электродом и сеткой ускоряющего электрода создает электрическую силу, которая ускоряет заряженные ионы. Все ионы ускоряются почти одновременно и покидают источник ионов с одинаковой кинетической энергией. Фокусирующая оптика и рефлектор перенаправляют ионы к детектору. Для детектирования ионов используется микроканальный электронный умножитель пластинчатого типа. Так как ионы имеют почти одинаковую кинетическую энергию, их скорости зависят только от их отношений массы к заряду (m/z). Ионы, ударяясь о внутреннюю поверхность каналов умножителя, выбивают несколько электронов с поверхности каналов за счет эффекта ионно-электронной эмиссии. В результате образуются вторичные электроны, которые ускоряются под действием электрического поля, приложенного перпендикулярно обеим поверхностям пластины. За счет электронно-электронной эмиссии каждый ускоренный вторичный электрон имеет достаточно энергии для выбивания нескольких электронов при столкновении с поверхностью стенок канала. Этот процесс повторяется многократно, создавая лавину электронов. Таким образом, сигнал от одного иона усиливается, что позволяет детектировать даже низкие значения ионного тока.

Для каждого компонента в качестве аналитических сигналов выступает время хроматографического удерживания и масс-спектр. Зависимость ионного тока от времени удерживания носит название хроматограммы. Высота и площадь хроматографических пиков пропорциональны содержанию соответствующих компонентов в анализируемом образце. Измерение параметров пиков дает информацию о количественном составе смеси.

Хроматомасс-спектрометры выпускаются следующих моделей: TruTOF, PegasusHT, Pegasus4D, PegasusHRT, CitiusHRT отличающихся особенностями конструкции и метрологическими характеристиками.

Все модели хроматомасс-спектрометров могут быть оснащены несколькими модификациями автоматической системы подачи проб (автосемплером) или устройств прямого ввода пробы.

Модели TruTOF, PegasusHT, Pegasus4D, PegasusHRT используются в сочетании с газовым хроматографом, CitiusHRT – с жидкостным хроматографом.

Модели PegasusHT, Pegasus4D, оснащены большим (по объему) источником ионов, устойчивым к загрязнению.

Хроматомасс-спектрометры моделей TruTOF, PegasusHT, Pegasus4D, PegasusHRT работают в режиме ионизации электронами; модель TruTOF также позволяет проводить химическую ионизацию. В модели CitiusHRT используется ионизация электрораспылением и химическая ионизация при атмосферном давлении (применение универсальных креплений позволяет также использовать следующие источники ионизации: DESI (Prosolia) и Nanomate (Advion)), DART.

Программное обеспечение

Хроматомасс-спектрометры оснащены разделенным программным обеспечением ChromaTOF, включенным в комплект поставки на компакт-диске. Программное обеспечение позволяет проводить самотестирование всех систем хроматомасс-спектрометра, устанавливать параметры процесса измерений, проводить полный контроль процесса измерений, осуществлять сбор экспериментальных данных, обрабатывать и сохранять полученные результаты, передавать результаты измерений на другие электронные носители или на принтер. Программное обеспечение включает библиотеки масс-спектров широкого ряда известных молекул и заряженных частиц.

Программное обеспечение разделено на метрологически значимую и незначимую части, метрологически незначимая часть содержит информацию о порядке проведения анализа на различных модификациях хроматомасс-спектрометров, количестве прикладных программ в зависимости от комплектации хроматомасс-спектрометра.

Идентификационные данные программного обеспечения

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
ChromaTOF	ChromaTOF	4.XX.X.X	e1375365fc08668 428c776c0afb809ct	MD5

Примечания к обозначению номера версии программного обеспечения:

4 – обозначение цифрового кода, связанного с метрологически значимой частью программного обеспечения, отвечающей за контроль правильности работы всех систем хроматомасс-спектрометра, обработку, представление и хранение результатов измерений;

XX – обозначение цифрового кода, связанного с модификацией хроматомасс-спектрометра и его комплектацией;

X - обозначение цифрового кода, связанного с количеством прикладных программ в хроматомасс-спектрометре.

X - обозначение цифрового кода, связанного с дополнительными возможностями программного обеспечения.

Уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С» по МИ 3286-2010.

Фотографии внешнего вида хроматомасс-спектрометров представлена на рисунке 1.



Рисунок 1

Метрологические и технические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики для моделей				
	TruTOF	PegasusHT	Pegasus4D	PegasusHRT	CitiusHRT
Диапазон измерения массовых чисел, m/z	5-1000	5-1000	5-1000	10-1500	50-2500
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %	10	10	10	10	10
Нестабильность выходного сигнала при измерении массовых чисел за 8 часов, %, не более	10	5	5	5	5
Разрешающая способность во всем диапазоне измерения массовых чисел (на уровне 50% от высоты пика), не менее	2 000 для m/z=1000	1 000 для m/z=1000	1 000 для m/z=1000	50 000 для m/z=218,99	100 000 для m/z=609,28
Предел чувствительности (отношение сигнал/шум) при введении 2 пг гексохлорбензола в капиллярную колонку, для пика 284 а.е.м., не менее	10:1	10:1	10:1	-	-
Предел обнаружения при введении в капиллярную колонку, для пика 284 m/z, при соотношении сигнал к шуму 10:1, пг, не менее	2	2	2	1	-
Предел обнаружения при введении в капиллярную колонку для пика m/z=609,28066, пг, не менее	-	-	-	-	2,5
Максимальная скорость сканирования, полных масс-спектров в секунду	80	500	500	200	200
Параметры источника питания: напряжение, В частота, Гц	от 220 до 240 50 / 60				
Потребляемая мощность, не более, В·А	6500				
Габаритные размеры без дополнительного оборудования, см, не более	45x67x92	135x104x87	170x104x86	130x125x83	130x125x78
Масса без дополнительного оборудования, кг, не более	170	310	335	431	431
Условия эксплуатации: - температура окружающего воздуха, °С - относительная влажность воздуха, %, не более	от 20 до 27 80, без конденсации				
Средний срок службы, лет, не менее	10				

Знак утверждения типа

наносится на боковую панель хроматомасс-спектрометра методом наклейки и на титульный лист Руководства по эксплуатации типографским способом.

Комплектность средства измерений

Наименование	Количество, шт.
Хроматомасс-спектрометр	1
Стандартный образец НСВ (гексахлорбензол), 1 мл	1
Системный блок персонального компьютера с предустановленным программным обеспечением ChromaTOF	
Пакет программного обеспечения ChromaTOF на компакт-диске	
Ключ защиты от копирования программного обеспечения ChromaTOF	
Комплект принадлежностей	1
Руководство по эксплуатации	1
Методика поверки МП 07-241-2013	1

Поверка

осуществляется по документу МП 07-241-2013 «ГСИ. Хроматомасс-спектрометры времяпролетные LECO. Методика поверки», утвержденному ФГУП «УНИИМ» в 2013 г.

Эталонные средства измерений, используемые при поверке:

- стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 7495-98 (массовая доля гексахлорбензола не менее 99,5 %);
- перфтортрибутиламин марки ХЧ по ТУ 6-02-2-618-80;
- н-гексан марки «ХЧ» по ТУ 2631-005-45579693-2001 (массовая доля н-гексана 99,6 %);
- пипетки 1-1-2-0,5 (1, 2, 5, 10) по ГОСТ 29227-91;
- колбы мерные 2-100 (25, 50)-2 по ГОСТ 1770-91;
- шприц для газовой хроматографии Syringe объемом 5 и 10 мл или 1 мкл (входит в комплект поставки).

Сведения о методиках (методах) измерений

Методика измерений представлена в руководстве по эксплуатации.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хроматомасс-спектрометрам времяпролетным LECO

- 1 ГОСТ 15624-75 Масс-спектрометры. Термины и определения
- 2 ГОСТ 4.361-85 Система показателей качества продукции. Анализаторы масс-спектрометрические. Номенклатура показателей
- 3 Техническая документация изготовителя «LECO Corporation» (США)

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

- осуществление ветеринарной деятельности;
- осуществление деятельности в области охраны окружающей среды;

выполнение работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям.

Изготовитель

Фирма «LECO Corporation», США, 3000 Lakeview Ave. Saint Joseph, MI 49085

Заявитель

ЗАО «ЛЕКО ЦЕНТР-М»

Россия, 115280, г.Москва, 1-й Автозаводской проезд, д.4, корп. 1

Телефоны: (495) 710-3818, (495) 710-3824, факс: (495) 710-3826

Испытательный центр

Государственный центр испытаний средств измерений ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, тел. (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39, e-mail: uniim@uniim.ru.

Аккредитован в соответствии с требованиями Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии и зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 30005-11. Аттестат аккредитации от 03.08.2011 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

Ф.В. Булыгин

М.п. «__» _____ 2013 г.