

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"



Н.В. Иванникова

" *17* " *апреля* 2019 г.

**Хроматографы газовые TRACE 1310 GX
с масс-спектрометрическими детекторами ISQ 7000, TSQ 9000**

Методика поверки

МП 205-05-2019

**г. Москва
2019 г.**

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые TRACE 1310 ГХ с масс-спектрометрическими детекторами ISQ 7000, TSQ 9000 (далее хроматографы), изготавливаемые ООО "ИнноХром", г. Москва, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Поверку хроматографа газового TRACE 1310 ГХ с масс-спектрометрическими детекторами ISQ 7000, TSQ 9000 допускается проводить:

- первичную с масс-спектрометрическими детекторами, входящими в комплект хроматографа, в соответствии с заказом;
- периодическую на основании письменного заявления владельца с детектором (-ами), с которым (-и) хроматограф эксплуатируется.

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 - определение отношения сигнал/шум масс-спектрометрических детекторов ISQ7000, TSQ 9000	6.2		
	6.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик - определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала	6.3		
	6.3.1	Да	Да ¹⁾
Определение показателей точности результатов измерений	6.4	Нет	Да ²⁾

¹⁾ При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденных в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

²⁾ При наличии НД на МИ.

1.2 Операции, связанные с опробованием и определением метрологических характеристик, проводят для каждого из детекторов, входящих в комплект поставки хроматографа (согласно спецификации) с использованием капиллярной колонки.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Средства поверки:

- ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, верхний предел взвешивания 200 г;
- микрошприцы "Газохром -101", вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 25.05-2152-75;
- микрошприцы "SGE-Chromatec", вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ4321-011-12908609-08;
- колбы мерные типа 2-50-2, 2-100-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2, 6-2-5, ГОСТ 29227-91;
- изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83;
- гелий марки "60" по ТУ 0271-001-459257159-02;
- аргон марки 6,0 по ТУ 2114-010 -05015259-2015;

2. 2. 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 106;
- относительная влажность воздуха, %	от 40 до 80;
- напряжение питания переменного тока, В	220 ± 10 %
- частота переменного тока, Гц	50 ± 1

3.2 Подготовку газовых хроматографов с масс-спектрометрическими детекторами ISQ7000, TSQ 9000 к поверке выполняют в соответствии с руководством по их эксплуатации.

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

Таблица 2

Контрольное вещество/ растворитель	Детектор/ исполнение*	Масса ГХБ/ раствор	Определяемая характеристика
ГХБ/изооктан	ISQ 7000/S	1 пг/Д	отношение сигнал/шум
		100 пг/В	СКО
	ISQ 7000/L	1 пг/Д	отношение сигнал/шум
		100 пг/В	СКО
	ISQ 7000/AEI	1 пг/Д	отношение сигнал/шум
		10 пг/Г	СКО
	TSQ 9000/M	1 пг/Д	отношение сигнал/шум
		10 пг/Г	СКО
	TSQ 9000/L	1 пг/Д	отношение сигнал/шум
		10 пг/Г	СКО
	TSQ 9000/AEI	0,1 пг/Е	отношение сигнал/шум
		1 пг/Д	СКО

- *- S - малопроизводительный турбомолекулярный насос;
 - M - среднепроизводительный турбомолекулярный насос;
 - AEI - источник ионизации повышенной эффективности;
 - L - высокопроизводительный турбомолекулярный насос.

3.4.2 Растворы приготавливают согласно Приложению 1 к настоящей методике поверки.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в РЭ по эксплуатации газовых хроматографов с масс-спектрометрическими детекторами ISQ 7000, TSQ 9000.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с газовыми хроматографами с масс-спектрометрическими детекторами ISQ 7000, TSQ 9000, и изучившие руководство по их эксплуатации и методику поверки, имеющие техническое образование и навыки работы с прибором.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям технической документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность газовых хроматографов и детекторов;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели;
- правильность размещения ГХ на рабочей поверхности стола (согласно РЭ);
- к ГХ должны быть подведены газы надлежащей чистоты в соответствии с РЭ.

6.2 Опробование

6.2.1 Газовые хроматографы включают и устанавливают режимы работы в соответствии с разделом "Стандартные рабочие процедуры" руководства по эксплуатации прибора.

6.2.2 Определение чувствительности (отношения сигнал/шум).

Определение чувствительности (отношения сигнал/шум) проводят в условиях, указанных в п.3. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение чувствительности прибора, задаются в соответствии с руководством по эксплуатации МСД и приведены в таблице 3.

6.2.3 Контрольный раствор подготавливают в соответствии с Приложением 1. После выхода газовых хроматографов с МСД на режим контрольный образец вводят шприцом вместимостью 1 мкл вручную или при помощи автоматического пробоотборника, значения отношения сигнал/шум приведены в таблице 4.

Таблица 3

Детектор	Режим сканирования	Определяемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Масса вводимого контрольного вещества	Контрольный раствор/объем вводимой пробы
ISQ 7000/S	в режиме Scan от 200 до 300 а.е.м., скорость сканирования 2 скан/сек	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	1 пг	Д/1 мкл
ISQ 7000/L	в режиме Scan от 200 до 300 а.е.м., скорость сканирования 2 скан/сек	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	1 пг	Д/1 мкл

Детектор	Режим сканирования	Определяемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Масса вводимого контрольного вещества	Контрольный раствор/объем вводимой пробы
ISQ7000/AEI	в режиме Scan от 200 до 300 а.е.м., скорость сканирования 2 скан/сек	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	1 пг	Д/1 мкл
TSQ9000/M	МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	1 пг	Д/1 мкл
TSQ9000/L	МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	1 пг	Д/1 мкл
TSQ9000/AEI	МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	0,1 пг	Е/1 мкл

Примечание: * - точное значение энергии соударений подбирают в процессе опробования.

6.2.3.2 Отношение сигнал/шум определяют с помощью системы обработки данных.

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

Таблица.4

Контрольное вещество/растворитель	Отношение сигнал/шум, не менее	Кол-во вещества/смесь	Режим ионизации	Детектор/исполнение*
ГХБ/изооктан	300:1	1 пг/Д	Электронный удар	ISQ 7000/S
	600:1	1 пг/Д		ISQ 7000/L
	1000:1	1 пг/Д		ISQ 7000/AEI
	1000:1	1 пг/Д	Электронный удар/ячейка соударений	TSQ 9000/M
	1500:1	1 пг/Д		TSQ 9000/L
	1000:1	0,1 пг/Е		TSQ 9000/AEI

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.2 Вводят микрошприцом в инжектор-испаритель 1 мкл контрольного раствора, полученная хроматограмма отражается на дисплее. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение, задают в соответствии с руководством по эксплуатации МСД (таблица 5).

Таблица 5

Детектор	Режим сканирования	Определяемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Масса вводимого контрольного вещества	Контрольный раствор/объем вводимой пробы
ISQ7000/S	в режиме Scan от 200 до 300 а.е.м., скорость сканирования 2 скан/сек	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	100 пг	В/1 мкл
ISQ7000/L	в режиме Scan от 200 до 300 а.е.м., скорость сканирования 2 скан/сек	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	100 пг	В/1 мкл
ISQ7000/AEI	в режиме Scan от 200 до 300 а.е.м., скорость сканирования 2 скан/сек	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	10 пг	Г/1 мкл
TSQ9000/M	МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	10 пг	Г/1 мкл
TSQ9000/L	МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	10 пг	Г/1 мкл
TSQ9000/AEI	МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	1 пг	Д/1 мкл

Примечание:

* - точное значение энергии соударений подбирается в процессе опробования

6.3.3 Определение метрологических характеристик выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой с использованием контрольных растворов, элюентов и условий, указанных в таблице 2. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение, задают в соответствии с руководством по эксплуатации МСД (таблица 5).

Вводят микрошприцом в инжектор-испаритель 1 мкл контрольного раствора. Операцию повторяют не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пика и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение \bar{X} .

6.3.4 Относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле (1)

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где X_i - i -тое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

n - число вводов пробы.

6.3.5 Полученные значения относительного СКО выходного сигнала (σ) хроматографа с соответствующим детектором при ручном и автоматическом дозировании пробы не должны превышать значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Масс-спектрометрический детектор	Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %			
	по площади пика		по времени удерживания	
	ручное дозирование	автоматическое дозирование	ручное дозирование	автоматическое дозирование
ISQ 7000/S	6	5	3	2
ISQ 7000/L				
ISQ 7000/AEI				
TSQ 9000/M				
TSQ 9000/L				
TSQ 9000/AEI				

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

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

7.2 Хроматографы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в паспорте (при первичной поверке) или выдают свидетельство о поверке (при периодической поверке) 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 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымают из обращения. Свидетельство о поверке изымают и 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

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола.
- 1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г.
- 1.3 Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, ГОСТ 1770-74.
- 1.4 Пипетки градуированные 6-2-1, 6-2-2, 6-2-5, ГОСТ 29227-91.
- 1.5 Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83.
- 1.6 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

При использовании средств измерений и стандартных образцов и реактивов, указанных в п. 1 настоящего приложения, относительная погрешность контрольных растворов, приготовленных по данной методике, не превышает $\pm 5\%$.

2 Процедура приготовления контрольных растворов гексахлорбензола

2.1 Приготовление раствора "А" с массовой концентрацией гексахлорбензола 200 мг/дм^3 .

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов вносят 10 мг гексахлорбензола (ГСО 9106-2008). Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл изооктана, после чего переливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 50 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 "Б" с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм^3

5 мл раствора "А" отбирают пипеткой вместимостью 5 мл и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

2.3 Приготовление раствора "В" с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мг/дм^3 (100 пг/мкл).

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора "Б" и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

2.4 Приготовление раствора "Г" с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм^3 (10 пг/мкл).

5 мл раствора "В" отбирают с помощью пипетки вместимостью 5 мл и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

2.5 Приготовление раствора "Д" с массовой концентрацией гексахлорбензола 1 мкг/дм^3 (1 пг/мкл).

5 мл раствора "Г" отбирают с помощью пипетки вместимостью 5 мл и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

3 ХРАНЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

3.1 Контрольные растворы "А" могут храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней; контрольные растворы "Б" и "В" не более 10 дней.

3.2 Контрольные растворы "Г", "Д" хранению не подлежат.