

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры QTRAP 6500+ зав. № CS20291709 и зав. № CG21901608 (далее – масс-спектрометр) фирмы «AB Sciex» Сингапур, 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 методики
1 Внешний осмотр	7.1
2 Опробование	7.2
2.1 Определение отношения сигнал/шум	7.2.1
2.2 Проверка идентификационных данных ПО	7.2.2
3 Определение метрологических характеристик:	7.3
определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через хроматограф.	7.3.1

Возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов для меньшего числа величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений для данных СИ не предусматривается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- резерпин, ФС-423267-96;
- весы лабораторные по ГОСТ 53228-2008, класс точности – 1;
- колба 2–100–2 ГОСТ 1770-74;
- колба 2–1000–2 ГОСТ 1770-74;
- пипетка градуированная 1–1–2–1 ГОСТ 29227-91;
- стакан вместимостью 50 мл по ГОСТ 25336-82.
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;

2.2 Допускается применение других средств измерений и оборудования с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки масс-спектрометров допускаются лица, изучившие эксплуатационные документы на них, имеющие достаточные знания и опыт работы с ними и аттестованные в качестве поверителя органом Государственной метрологической службы.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации на прибор.

4.2 При выполнении поверки соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79 и пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки в лаборатории должны соблюдаться следующие нормальные условия измерений:

температура окружающей среды, ... °С (20±5)

относительная влажность воздуха, ...%, не более80

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Подготавливают прибор к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

6.2 Готовят контрольный раствор резерпина в соответствии с Приложением 1. Погрешность приготовления раствора не более ± 5%.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

– соответствие комплектности масс-спектрометра требованиям технической документации;

– четкость маркировки;

– исправность механизмов и крепежных деталей.

Не допускаются дефекты, которые могут повлиять на работоспособность прибора.

7.2 Опробование

7.2.1 Определение отношения сигнал/шум масс-спектрометров определяют с использованием контрольного вещества и при условиях, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Режим	Электроспрей, MRM, положительная ионизация
Элюент	вода /ацетонитрил с объемным соотношением 30/70
Контрольный раствор	резерпин в ацетонитриле
Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм ³	0,001
Объем пробы контрольного раствора, мкл	5
Скорость потока элюента, см ³ /мин	1,0
Источник ионов с зондом	IonDrive™ Turbo V TurboIonSpray

Контрольный раствор резерпина вводится в масс-спектрометр через жидкостный хроматограф. Значение отношения сигнал/шум измеряют при условиях, приведенных в таблице 2, при мониторинге заданной реакции (MRM) для регистрации перехода протонированного иона резерпина с m/z 609,3 к его фрагменту с m/z 195. Методика приготовления контрольного раствора резерпина указана в Приложении 1.

Полученное значение S/N должно быть не менее 10000:1.

7.2.2 Проверка идентификационных данных программного обеспечения масс-спектрометра

После включения масс-спектрометра появляется окно с логотипом ПО, представленное на рис. 1.

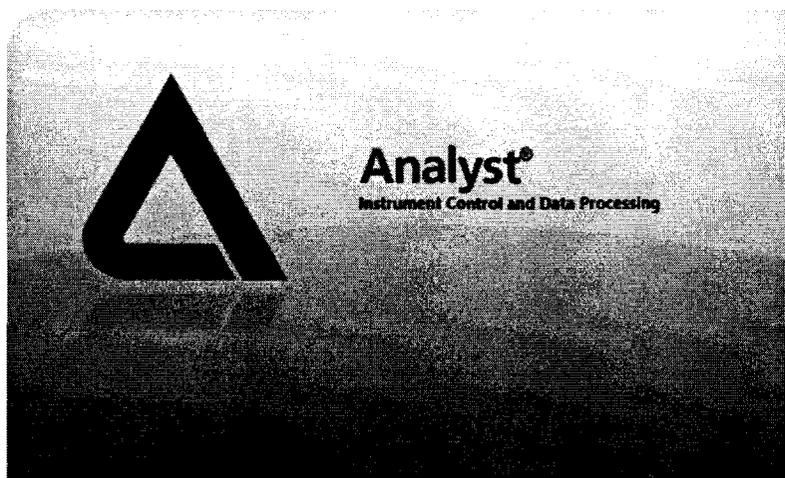


Рис.1 Окно с названием ПО

Идентификационные данные ПО (наименование и номер версии ПО, Рис.2) располагаются по следующему пути **Help ->About Analyst**. Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого файла Analyst.exe) вычисляется по алгоритму MD5 с помощью программы WinMD5 Free, размещенной на рабочем столе ПК.

Совпадение идентификационных данных запущенного ПО с данными, приведенными в таблице 3 является положительным результатом проверки идентификационных данных ПО.

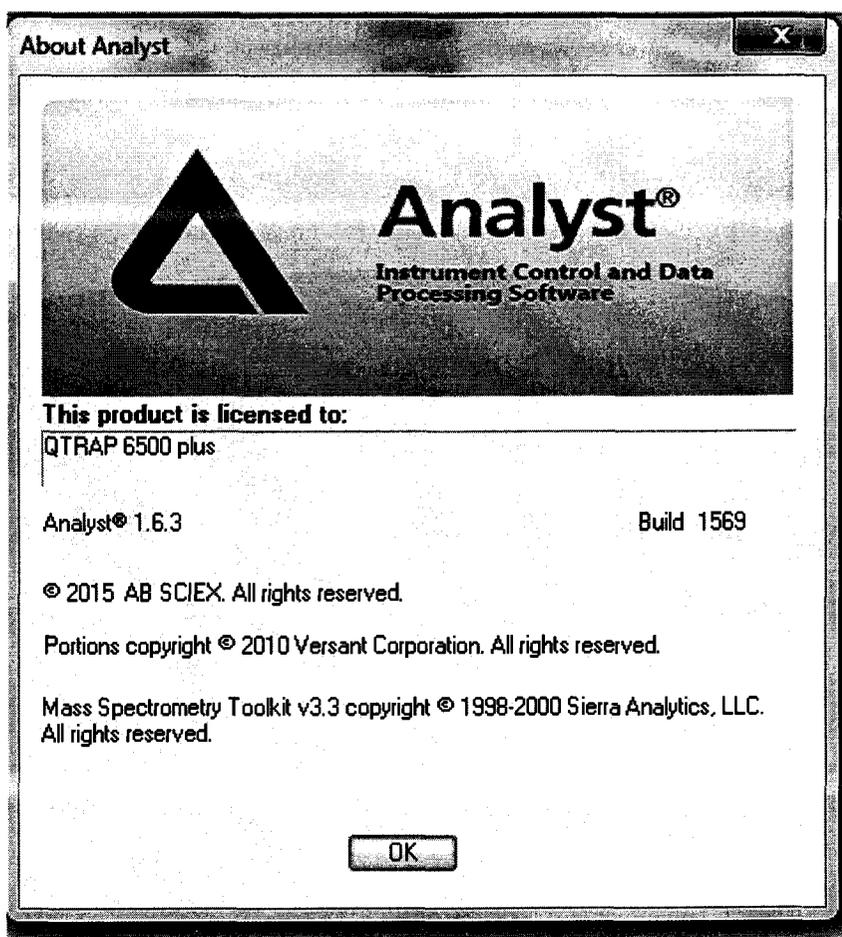


Рис. 2. Идентификационные данные ПО

Таблица 3

Идентификационное наименование ПО	Analyst
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.6.3
Цифровой идентификатор ПО	35DBB3BC1F06BBCA8A6FF6C213FD8B9D
Алгоритм вычисления идентификатора ПО	MD5

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через хроматограф.

Контрольный раствор резерпина вводят в масс-спектрометр через жидкостный хроматограф и измеряют значение выходного сигнала (площади пика) при условиях указанных в 7.2. Измерения повторяют не менее 6 раз.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика) σ_x , %, рассчитывают по формуле (1)

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

где X_i – i -ое значение выходного сигнала (площади пика);

\bar{X} – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика).

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) при вводе пробы через хроматограф не должно превышать 5%.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки заносят в протокол (Приложение 2).

8.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства по форме, установленной приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015.

8.3 Масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Масс-спектрометры изымают из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности.

8.4 После ремонта масс-спектрометры подвергают поверке.

8.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник лаборатории 009 ФГУП «ВНИИМС»



Е.В. Кулябина

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

Методика предназначена для приготовления контрольного раствора резерпина.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 Резерпин, ФС-423267-96.
- 1.2 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84.
- 1.3 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228-2008, класс точности –I.
- 1.4 Колбы мерные вместимостью 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74.
- 1.5 Пипетки градуированные вместимостью 1–1–2–1 по ГОСТ 29227-91.
- 1.6 Стакан вместимостью 50 мл по ГОСТ 25336-82.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление исходного раствора резерпина с массовой концентрацией 100 мг/дм³

Взвешивают в стакане 10,0 мг резерпина, добавляют 25 см³ ацетонитрила, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Ополаскивают стакан ацетонитрилом, раствор переносят в мерную колбу, доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают.

2.2 Приготовление раствора резерпина с массовой концентрацией 0,1 мг/ дм³

1 см³ раствора, приготовленного по п.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетонитрилом.

2.3 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 0,001 мг/ дм³ (1 пг/мкл)

1 см³ раствора, приготовленного по п.2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки ацетонитрилом.

Погрешность приготовления контрольного раствора $\pm 5\%$.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Масс-спектрометр _____

Зав. номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С

относительная влажность _____ %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра
2. Результаты опробования
3. Результаты определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) масс-спектрометров при вводе пробы через хроматограф:

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика), полученное при поверке, %	Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика), %

4. Заключение

Поверитель _____