

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"  
(ФГУП "ВНИИМС")**

**СОГЛАСОВАНО**



**Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГУП "ВНИИМС"**

**А.Е. Коломин**

**"06" сентября 2021 г.**

**Государственная система обеспечения единства измерений  
Хроматограф жидкостный UltiMate 3000 с масс-спектрометрическим  
детектором TSQ Fortis**

Методика поверки

МП 205-07-2021

г. Москва  
2021 г.

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на хроматограф жидкостный UltiMate 3000 с масс-спектрометрическим детектором TSQ Fortis, серийный номер 8175014 (далее – хроматограф), изготовленный фирмой "Thermo Fisher Scientific", Германия, и устанавливает методы и средства его первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

Поверяемое средство измерений должно иметь прослеживаемость:

– к единице массы – килограмм – посредством аттестованной методики измерений, предусматривающей применение средства измерений (весов), поверенного через неразрывную цепь поверок в соответствии с поверочной схемой ГОСТ 8.021-2005 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерения массы»;

– к единице оптической плотности посредством аттестованной методики измерений, предусматривающей применение средства измерений (спектрофотометра), поверенного через неразрывную цепь поверок в соответствии с поверочной схемой ГОСТ 8.557-2007 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений спектральных, интегральных и редуцированных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 50,0 мкм, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм».

## 2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер раздела методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8	да	да
2 Опробование: определение чувствительности (отношения сигнал/шум)	9	да	да
3 Определение метрологических характеристик:	11		
– определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	11.1	да	да <sup>1)</sup>
– определение показателей точности результатов измерений	11.2	нет	да <sup>2)</sup>

Примечания:

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденных в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.

<sup>2)</sup> При наличии НД на МИ.

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Проведение поверки по меньшему числу компонентов (определяемых веществ) в соответствии с пунктом 18 Приказа Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

## 3 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки



Номер раздела	Наименование основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
11	ГСО 10165-2012 состава левомицетина, интервал допускаемых аттестованных значений СО от 95,0 до 100,0 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 2,0$ %
6, 9, 10, 11	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1 (рег. № 53505-13), диап. изм. температуры от 0 до 50 С, абс. погрешн. $\pm 0,5$ °С, диап. изм. отн. влажности от 15 до 85 %, абс. погрешн. $\pm 3$ %
6, 9, 10, 11	Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76) диапазон измерений от 80 до 106 кПа, абс. погрешность $\pm 200$ Па
11	Колбы мерные наливные 2-10-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74
11	Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-10 по ГОСТ 29169-91
11	Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, LC-MS № 34967 по каталогу Fluka
11	Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018
11	Хроматографическая колонка Hypersil Gold C-18 1,9 мкм 200×2,1 мм (допускается использовать аналогичные колонки других типоразмеров, при этом необходимо произвести корректировку скорости потока элюента)

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью (включая другие эталоны, ГСО).

3.3 Все средства поверки должны быть поверены, ГСО иметь действующие паспорта.

#### **4 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

4.1 Правила безопасности при работе с хроматографом и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами РЭ или инструкциями по применению.

4.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

4.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.4 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

4.5 Следует выполнять требования, изложенные в «Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей (ПТЭ)», «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилах устройства электроустановок (ПУЭ)», утвержденных в установленном порядке.

4.6 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают действующие Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

#### **5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ**

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

#### **6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающей среды, °С (20  $\pm$  5);



- атмосферное давление, кПа от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

## 7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

7.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

7.1.1 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации.

7.1.2 Эталоны, средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

7.1.3 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

7.1.4 Перед началом поверки включают приточно-вытяжную вентиляцию и выполняют другие требуемые операции по обеспечению безопасного проведения работ.

7.1.5 Готовят контрольные растворы (методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении 1).

7.2 Перед проведением периодической поверки выполняют регламентные работы, предусмотренные РЭ на хроматограф.

## 8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие внешних повреждений на хроматографе, влияющих на его работоспособность;
- исправность органов управления, четкость надписей на лицевой панели;
- все сегменты индикации на дисплее должны полностью отображаться при включении хроматографа;
- соответствие комплектности хроматографа требованиям технической документации фирмы-изготовителя;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

8.2 Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

## 9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 При опробовании выполняют проверку общего функционирования хроматографа согласно руководству по эксплуатации. Результаты опробования считают положительными, если на индикаторе отображаются результаты измерений и отсутствуют сообщения о неисправностях.

9.2 Определяют отношение сигнал/шум.

Отношение сигнал/шум определяют с использованием контрольных растворов (приложение 1) и при условиях, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Режим	Электроспрей
	отрицательная ионизация
Элюент	вода/ацетонитрил с объемным соотношением 30/70
Режим	изократический
Контрольный раствор	левомицетин в воде
Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм <sup>3</sup>	0,0002
Объем пробы контрольного раствора, мкл	5 (5) <sup>*)</sup>
m/z прекурсор-иона	321,1
Скорость потока элюента, см <sup>3</sup> /мин	0,3 (0,2) <sup>*)</sup>
Максимальное давление, МПа	в зависимости от применяемого типа хроматографической колонки

Температура DL, °С	350
Температура интерфейса, °С	300
Температура блока нагревателя, °С	350
Расход газа-распылителя, дм <sup>3</sup> /мин	3
Расход осушающего газа, дм <sup>3</sup> /мин	10
Расход нагревающего газа, дм <sup>3</sup> /мин	10
Хроматографическая колонка*) (длина × внутренний диаметр)	Hypersil Gold C-18 1,9 мкм 200×2,1 мм или другая в соответствии с п. 3.1
Примечание: *) применяют при определении СКО.	

9.2.1 В хромато-масс-спектрометр вводят пробу контрольного раствора. Находят значение отношения сигнал/шум (S/N) левомецетина для перехода m/z 321,1 >152,0 (точные значения масс ионов-продуктов устанавливают исходя из отображаемых значений в масс-спектре).

9.2.2 Значения отношения сигнал/шум рассчитывают с помощью программного обеспечения. Значения S/N должны быть не менее 100:1.

## 10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа, при включении прибора.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Thermo Scientific Xcalibur
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 4.2.47

## 11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

Измерения проводят после выхода хромато-масс-спектрометра на режим. Элюент, колонка и контрольное вещество указаны в таблице 3.

На вход прибора подают не менее 6 раз контрольный раствор и измеряют значения времени удерживания и площади пика контрольного вещества.

11.2 Если хроматограф эксплуатируют по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, то при проведении его периодической поверки проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

## 12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

Значения относительного СКО выходного сигнала (площади пика ( $\sigma_s$ ) и времени удерживания ( $\sigma_t$ )) рассчитывают по формулам (1) и (2)

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



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

где  $S, S_i$  – среднее арифметическое и  $i$ -тое измеренное значение площади пика, соответственно;

$t, t_i$  – среднее арифметическое и  $i$ -тое измеренное значение времени удерживания;

$n$  – число измерений,  $n \geq 6$ .

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать значений: по площади пика 6 %, по времени удерживания 2 %.

### 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

13.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

13.2 Если хроматограф удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки, его признают годным к применению, вносят сведения о результатах их поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, выдают свидетельство о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

13.3 Если хроматограф не удовлетворяет требованиям настоящей методики, выдают извещение о его непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31 июля 2020 г. № 2510).

13.4 После ремонта хроматограф подвергают поверке.

Начальник отдела № 205 ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИМС»



Г.А. Микрюкова

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ****1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

- 1.1 ГСО 10165-12 состава левомецетина
- 1.2 Колбы мерные наливные 2-10-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74
- 1.3 Колба коническая Кн-2-500-50 по ГОСТ 25336-82
- 1.4 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-5 по ГОСТ 29169-91
- 1.5 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии LC-MS № 34967 по каталогу Fluka
- 1.6 Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018.

**2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА ЛЕВОМИЦЕТИНА**

2.1 Приготовление исходного раствора левомецетина с массовой концентрацией 400 мг/дм<sup>3</sup>

Раствор левомецетина с массовой концентрацией 40 мг/см<sup>3</sup> из ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

2.2 Приготовление раствора левомецетина с массовой концентрацией 4 мг/дм<sup>3</sup>

С помощью пипетки отбирают 1 см<sup>3</sup> раствора левомецетина по 3.1 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

2.3 Приготовление раствора левомецетина с массовой концентрацией 0,04 мг/дм<sup>3</sup>

С помощью пипетки отбирают 1 см<sup>3</sup> раствора левомецетина по 3.2 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

2.4 Приготовление раствора левомецетина с массовой концентрацией 0,4 мкг/дм<sup>3</sup>

С помощью пипетки отбирают 1 см<sup>3</sup> раствора левомецетина по 3.3 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

2.5 Приготовление контрольного раствора левомецетина с массовой концентрацией 0,2 мкг/дм<sup>3</sup>

С помощью пипетки отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора левомецетина по 3.4 и вносят в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

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