

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»
(ФГБУ «ВНИИМС»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»

А.Е. Коломин

М.п.

«28» ноября 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Хроматограф газовый TRACE 1310
с масс-спектрометрическим детектором TSQ 9000**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 205-16-2022

г. Москва
2022 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на хроматограф газовый TRACE 1310 с масс-спектрометрическим детектором TSQ 9000 (далее – хроматограф), изготовленный фирмой "Thermo Fisher Scientific S.p.A.", Италия, и устанавливает методы и средства его первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 Прослеживаемость поверяемого СИ реализуется посредством применения ГСО:

- к единице массы (кг) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 04.06.2022 г. № 1622. ГЭТ 3-2020, утвержденный Приказом Ростехрегулирования от 23.12.2020 г. № 2180.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	да	да
2 Проверка идентификационных данных программного обеспечения (ПО).	8	да	да ¹⁾
3 Опробование: - определение отношения сигнал/шум	10 10.1	да	да ¹⁾
4 Определение метрологических характеристик: - определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала	11 11.1	да да	да ¹⁾ да ¹⁾
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	11.2	да	да ¹⁾
- определение показателей точности результатов измерений	11.3	нет	да ²⁾
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

Примечания:

¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

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

2.3 Проведение поверки в сокращенном объеме в соответствии порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным Приказом 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» (пункт 18) не предусмотрено.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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, В	230±23.

4 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.

Для получения экспериментальных данных с прибора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего спектрометр (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3.1	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 27 °С с абсолютной погрешностью не более ±1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 40 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 °С. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более ±3 кПа.	Барометр-анероид БАММ-1, рег. № 5738-76. Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1, рег. № 53505-13.
10.1; 11.1, 11.2	Контрольный раствор с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мкг/дм ³ с относительной погрешностью не более ±6 %.	Контрольный раствор, приготовленный по методике, приведенной в приложении А, приготовленный из: ГСО 9106-2008

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений для поверки должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке должны быть утвержденного типа и соответствовать требованиям методики поверки.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ хроматографа.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого хроматографа требованиям технической документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Готовят контрольный раствор гексахлорбензола с массовой концентрацией 0,1 мкг/дм³. Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении А.

8.1.2 Перед проведением поверки хроматограф газовый TRACE 1310 с масс-спектрометрическим детектором TSQ 9000 готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

9 ПРОВЕРКА ИДЕНТИФИКАЦИОННЫХ ДАННЫХ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ (ПО)

Запускают ПО хроматографа, открывают вкладку Help/About Home Page. В открывающемся окне высвечивается наименование ПО и номер версии.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Xcalibur
Номер версии (идентификационный номер ПО)	Не ниже 4.1
Цифровой идентификатор ПО	-

10 ОПРОБОВАНИЕ

При опробовании определяют отношение сигнал/шум.

10.1 Определение отношения сигнал/шум

Определение отношения сигнал/шум выполняют на хроматографе, укомплектованном детектором и аналитической колонкой. Определение отношения сигнал/шум проводят с использованием контрольного раствора гексахлорбензола по п 8.1.1. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение отношения сигнал/шум, задают в соответствии с руководством по эксплуатации и приведены в таблице 4.

После выхода хроматографа на режим вводят 1 мм³ контрольного раствора.

Таблица 4

Режим сканирования	Определяемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Масса вводимого контрольного вещества	Массовая концентрация контрольного раствора /объем вводимой пробы
МС/МС для перехода 284>249. Энергия соударений 15-25эВ*	249 а.е.м.	ГХБ/изооктан	0,1 пг	0,1 мкг/дм ³ / 1 мм ³

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

Отношение сигнал/шум определяют с помощью системы обработки данных.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если значения отношения сигнал/шум не менее значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Наименование характеристики	Значение
Отношение сигнал/шум при дозировании 0,1 пг гексахлорбензола (ГХБ) SRM 284>249 а.е.м., не менее	1000:1
Предел допустимых значений ОСКО выходного сигнала при ручном/автоматическом дозировании, %, не более	
- времени удерживания	3/2
- площади пика	6/5
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа при ручном/автоматическом дозировании, %, не более	
- времени удерживания	±4/3
- площади пика	±10/9

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала выполняют на хроматографе, укомплектованном детектором и аналитической колонкой. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим, с использованием контрольного раствора и условий, указанных в таблице 4 и в соответствии с руководством по эксплуатации.

При ручном дозировании вводят микрошприцем в инжектор-испаритель 1 мм³ контрольного раствора. При автоматическом дозировании вводят 1 мм³ контрольного раствора с помощью автосемплера. Полученная хроматограмма отражается на дисплее. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пиков и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

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

где \bar{X} – среднеарифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

X - значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

n – количество измерений.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 5.

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа

Проводят операции по 11.1. Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 11.1. Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (2)$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

\bar{X}_t – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания), полученное через 8 часов непрерывной работы.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если значения изменения выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) за 8 часов непрерывной работы хроматографа не превышают значений, приведенных в таблице 5.

11.3 Определение показателей точности результатов измерений

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

12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие полученных значений отношения сигнал/шум, ОСКО выходного сигнала, относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа установленным нормам (10.1, 11.1 и 11.2 настоящей методики поверки).

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

13.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

13.2 Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области

обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

13.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин.

13.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГБУ «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ «ВНИИМС», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

Инженер 2 категории ФГБУ «ВНИИМС»



Д.Р. Гуммель

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола, массовая доля гексахлорбензола не менее 98,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,5$ % при $P = 0,95$.

А.1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г.

А.1.3 Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.4 Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, ГОСТ 29227-91.

А.1.5 Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Процедура приготовления контрольных растворов гексахлорбензола

А.2.1.1 Приготовление раствора А с массовой концентрацией гексахлорбензола 200 мг/дм³.

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 10 мг гексахлорбензола. Пипеткой вместимостью 5 см³ добавляют в бюкс 5 см³ изооктана, после чего переливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 50 см³. Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.2 Приготовление раствора Б с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм³

5 см³ раствора А отбирают пипеткой вместимостью 5 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.3 Приготовление раствора В с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мкг/дм³ (100 пг/мм³).

Отбирают с помощью пипетки 1 см³ раствора Б и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.4 Приготовление раствора Г с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/дм³ (10 пг/мм³).

5 мл раствора В отбирают с помощью пипетки вместимостью 5 см³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.5 Приготовление раствора Д с массовой концентрацией гексахлорбензола 1 мкг/дм³ (1 пг/мм³)

5 см³ раствора Г отбирают с помощью пипетки вместимостью 5 см³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.6 Приготовление раствора Е с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мкг/дм³ (0,1 пг/мм³)

5 см³ раствора Д отбирают с помощью пипетки вместимостью 5 см³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

А.3 ХРАНЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

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

А.3.2 Контрольные растворы Г, Д, Е хранению не подлежат.