

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП «ВНИИМС»
по производственной метрологии

Н.В. Иванникова
02 _____ 2017 г.



Масс-спектрометры Triple Quad 6500+ и QTRAP 6500+
Методика поверки
МП 009/05-17

г. Москва, 2017 г.

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры Triple Quad 6500+ и QTRAP 6500+ (далее – масс-спектрометры) фирмы «AB Sciex Pte. Ltd.», 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

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 инклинометров 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, ... °C20±1
 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	1
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 к его фрагменту с m/z 195. Методика приготовления контрольного раствора резерпина указана в Приложении 1.

Полученное значение S/N должно быть не менее 510 000:1.

7.2.2 Проверка идентификационных данных программного обеспечения масс-спектрометра

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

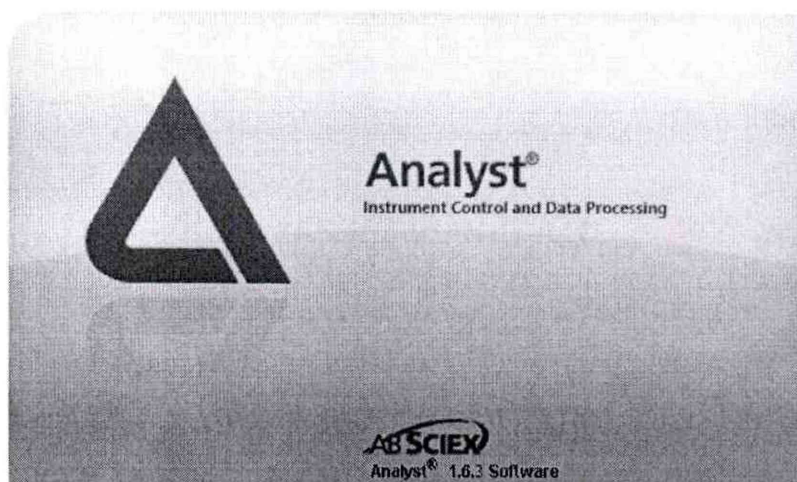


Рис.1 Окно с названием ПО

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.

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

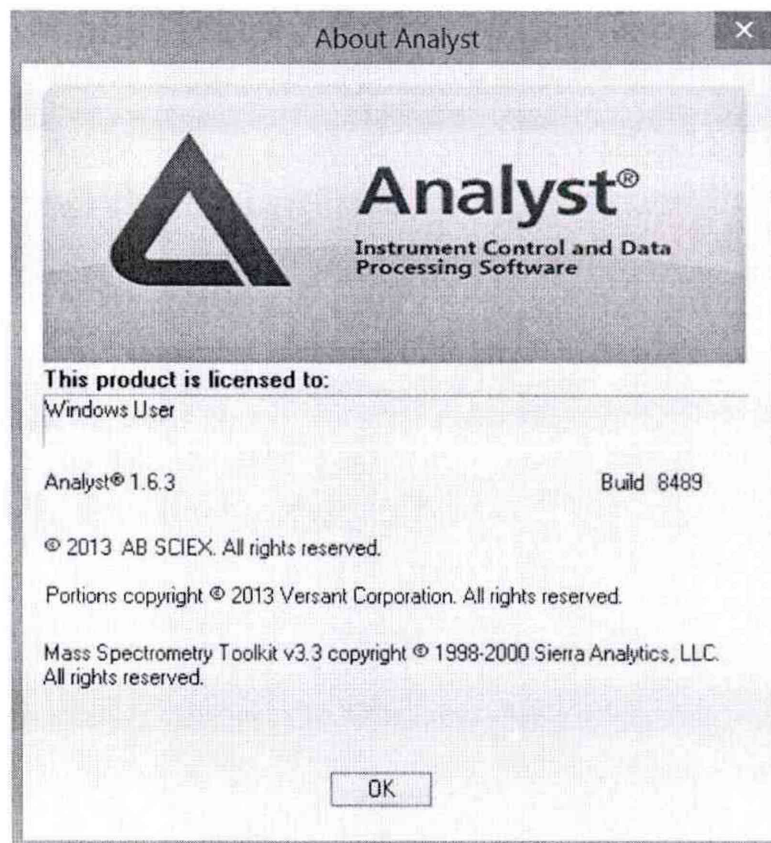


Рис. 2. Идентификационные данные ПО

Таблица 3

Идентификационное наименование ПО	Analyst	Analyst
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.6.3	не ниже 1.6.x
Цифровой идентификатор ПО	35DBB3BC1F06BBCA 8A6FF6C213FD8B9D	-
Алгоритм вычисления идентификатора ПО	MD5	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 заднюю панель СИ.

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 10 мг/дм³

Взвешивают в стакане 10,0 мг резерпина, добавляют 25 см³ ацетонитрила, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 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 2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 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 $\pm 5\%$.

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 _____