

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора
по производственной метрологии
ФБУП "ВНИИМС"

Н.В. Иванникова

мая

2019 г.

**Хроматограф газовый Маэстро GX 7820
с масс-селективным детектором Agilent 5975**

Методика поверки

МП 205-07-2019

**г. Москва
2019 г.**

Настоящая методика распространяется на хроматограф газовый Маэстро GX 7820 с масс-селективным детектором Agilent 5975, изготовленный ООО "ИНТЕРЛАБ", г. Москва, (далее - хроматограф) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операции при	
		выпуске и после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	5.1	да	да
Опробование:	5.2	да	да
- определение отношения сигнал/шум;	5.2.1	да	да ¹⁾
- проверка идентификационных данных ПО	5.2.2	да	да ¹⁾
Определение метрологических характеристик:	5.3	да	да
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	5.3.1	да	да ¹⁾
- определение показателей точности результатов измерений.	5.3.2	нет	да ²⁾

¹⁾При отсутствии НД на МВИ, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.

²⁾При наличии НД на МВИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола, массовая доля основного вещества 99,5 %.

2.2 Азот газообразный технический, ГОСТ 9293-74.

2.3 Гелий газообразный, ТУ 51-940-80.

2.4 Изооктан, ТУ 6-09-921-76.

2.5 Колонка НР-5 (5 % фенилметилсиликон) 30 м/0,32 мм/0,25 мкм.

2.6 Колонка хроматографическая НР-5MS (5 % фенилметилсиликон) 30 м/0,25 м/0,25 мкм.

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 10 до 30
- относительная влажность, %	от 40 до 80
- атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4
- напряжение питания, В	220 ± 4,4
- частота напряжения питания, Гц	50 ± 0,5

3.2 Режимные параметры хроматографа:

- температура термостата испарителя, °С	+300
- температура интерфейса МСД, °С,	+250
- температура источника ионов МСД, °С	+230
- температура квадруполя МСД, °С	+150
- расход газа-носителя (гелия) в режиме постоянного потока, мл/мин	1,2

3.3 Подготовительные работы выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

3.4 Перед проведением поверки готовят контрольные смеси, назначение и содержание анализируемых компонентов которых приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование смеси	Содержание анализируемого компонента	Детектор
Гексахлорбензол в изооктане	5 мкг/см ³ (5 нг/мкл)	МСД

Методика приготовления контрольных смесей приведена в Приложении 1.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с хроматографом газовым с масс - селективным детектором и изучившие техническое описание, руководство по эксплуатации и методику поверки прибора.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

5.2 Опробование

При опробовании проводят определение отношения сигнал/шум

5.2.1 Отношение сигнал/шум для МСД определяют при дозировании контрольного раствора гексахлорбензола в изооктане (таблица № 2). Определение отношения сигнал/шум МСД проводят не менее чем через 8 часов после включения и проведения автоматической настройки МСД. Перед измерениями необходимо провести кондиционирование капиллярной хроматографической колонки в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа. Число дозирования контрольного раствора должно быть не менее 6. Количество вводимого контрольного

раствора - 1 мм³. При регистрации сигнала МСД используют режим сбора данных по выбранным ионам. Отношение сигнал/шум определяют с помощью системы обработки данных. При этом результаты первой серии измерений отбрасываются. Полученное значение отношения сигнал/шум должно быть не менее, приведенной в таблице 3.

Таблица 3

Контрольное вещество	Тип прибора	Соотношение сигнал/шум
Гексахлорбензол в изооктане	с диффузионным насосом	100:1 (по m/z 283,8)

5.2.2 Проверка идентификационных данных ПО хроматографа газового "Маэстро ГХ 7820"

В соответствии с руководством по эксплуатации при включении хроматографа газового отображается информация о его программном обеспечении.

Результат проверки считается положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют указанным значениям:

MSD Productivity ChemStation:

версия ПО: E.02.01

контрольная сумма 49b3d2077199c44c1f3bbb16b4094ae6

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим, используя контрольную смесь (таблица 2). Условия выполнения измерений должны соответствовать п.3.1.

5.3.2 Контрольную смесь (таблица 2,) вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов и вычисляют их среднее арифметическое значение (\bar{X}).

5.3.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов рассчитывают по формуле

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

где X_i – значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика и времени удерживания), %, не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Типы детекторов	При ручном дозировании	
	по площади пика	по времени удерживания
МСД	6	0,1

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

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

6.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства 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.).

6.3 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 ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1 Средства измерений, материалы и реактивы.

1.1 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола, массовая доля основного вещества 99,5 %.

1.2 Изооктан, ТУ 6-09-921-76.

1.3 Пипетки 1-1-2-1(5), ГОСТ 29227-91;

1.4 Колбы мерные 2-100(50)-2, ГОСТ 1770-74;

1.5 Весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1-2011, верхний предел взвешивания 200 г.

2 Процедура приготовления контрольных растворов гексахлорбензола

2.1. Приготовление раствора "А" с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мг /дм³.

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 100 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 5 мг/дм³ (5 нг/мкл)

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.

3 Хранение контрольных растворов.

3.1 Контрольные растворы хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 до 8 °С.

Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней, растворы меньших концентраций хранению не подлежат.