

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ИЦ ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин



« 16 » мая 2015 г.

Хромато-масс-спектрометры «Autospec Premier»

Методика поверки

и.р. 65111-10

г. Москва, 2015 г.

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры «Autospec Premier» фирмы «Waters Corporation», США (далее – хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование (определение отношения сигнал/шум, приведенного к ширине пика 2с)	6.2
3 Определение метрологических характеристик:	6.3
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика);	6.3.1
- определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы.	6.3.2

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

– раствор 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*p*-диоксина в толуоле по ГОСТ 32526-2013 (по каталогу Supelco с массовой концентрацией 10 мкг/см³) или СОП № 0512-03 с массовой концентрацией 50 мкг/см³;

– толуол кв. «ЧДА» по ГОСТ 5789-78;

– колбы мерные вместимостью 2–100–2, 2–50–2, 2–10–2 по ГОСТ 1770-74;

– пипетки градуированные вместимостью 1–1–2–1 по ГОСТ 29227-91.

2.2 Допускается применение других средств измерений, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающей среды, °С

от 15 до 30,

– относительная влажность, %

до 80.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

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

5.2 Готовят контрольный раствор 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина в соответствии с приложением 1. Погрешность приготовления контрольного раствора не более $\pm 12\%$

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают:

– соответствие комплектности хромато-масс-спектрометра технической документации;

– четкость маркировки;

– исправность механизмов и крепежных деталей.

Не допускаются дефекты, которые могут повлиять на работоспособность прибора.

6.2 Опробование.

При опробовании определяют отношение сигнал/шум, приведенное к ширине пика 2σ ($S/N_{(прив.)}$), с использованием контрольного раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина при условиях, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Режим	Ионизация электронным ударом (+)
Контрольный раствор	2,3,7,8-тетрахлордibenзо- <i>n</i> -диоксин в толуоле
Массовая концентрация контрольного вещества, $\mu\text{г}/\text{см}^3$ (фг/мкл)	100
Объем пробы контрольного раствора, мкл	1
Время сканирования, с	0,1
Диапазон сканирования, а.е.м.	293 – 350
Детектируемая масса, а.е.м.	321,8936
Хроматографическая колонка	Hewlett-Packard DB5 30 м или аналогичная
Разрешение хромато-масс-спектрометра	не более 10000

6.2.1 С помощью шприца или автоинжектора вводят в капиллярную хроматографическую колонку 1 мкл контрольного раствора и проводят анализ.

6.2.2 Вычисляют отношение сигнал/шум, приведенное к ширине пика 2σ , по формуле:

$$S/N_{(прив.)} = \frac{W_{1/2h}}{W_t} \cdot S/N,$$

где $W_{1/2h}$ – ширина пика на половине высоты, с;

W_t – ширина пика, равная 2σ ;

S/N – отношение сигнал/шум, найденное как усреднение шума Peak to Peak на интервале базовой линии не менее 1 минуты.

Значение отношения сигнал/шум, приведенного к ширине пика 2σ , должно быть не менее 25:1.

6.3 Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (площади пика).

Контрольный раствор 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина объемом 1 мкл вводят в хромато-масс-спектрометр и измеряют значения выходного сигнала (площади пика) при условиях, указанных в таблице 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) не должно превышать 5 %.

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы.

Через 8 часов непрерывной работы хромато-масс-спектрометра измерения повторяют по п. 6.3.1. Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы прибора δ_i , %, рассчитывают по формуле (2)

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (2)$$

где \bar{X}_i – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика) через 8 часов непрерывной работы хромато-масс-спектрометра;

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

Значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хромато-масс-спектрометра не должно превышать ± 5 %.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хромато-масс-спектрометра заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки хромато-масс-спектрометра оформляют выдачей свидетельства.

7.3 Хромато-масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Прибор изымают из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

7.4 После ремонта хромато-масс-спектрометр подвергают поверке.

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС»



О. Л. Рутенберг

Инженер 3-й кат. ФГУП «ВНИИМС»



С. З. Карданов

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

Методика предназначена для приготовления контрольного раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 Раствор 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина в толуоле по ГОСТ 32526-2013 (по каталогу Supelco с массовой концентрацией 10 мкг/см³) или СОП № 0512-03 с массовой концентрацией 50 мкг/см³.
- 1.2 Толуол кв. «ЧДА» по ГОСТ 5789-78.
- 1.3 Колбы мерные вместимостью 2–100–2, 2–50–2, 2–10–2 по ГОСТ 1770-74.
- 1.4 Пипетки градуированные вместимостью 1–1–2–1 по ГОСТ 29227-91.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление контрольного раствора из раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина в толуоле с массовой концентрацией 50 мкг/см³, СОП № 0512-03.

2.1.1 Приготовление раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина с массовой концентрацией 0,5 мкг/см³.

1 см³ раствора с массовой концентрацией 50 мкг/см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки толуолом.

2.1.2 Приготовление раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина с массовой концентрацией 5 нг/см³.

1 см³ раствора, приготовленного по п.2.1.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки толуолом.

2.1.3 Приготовление контрольного раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина с массовой концентрацией 100 пг/см³ (100 фг/мкл).

1 см³ раствора, приготовленного по п. 2.1.2, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки толуолом.

Погрешность приготовления контрольного раствора не более ± 12 %.

2.2 Приготовление контрольного раствора из раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина в толуоле с массовой концентрацией 10 мкг/см³, № 48599 по каталогу Supelco.

2.2.1 Приготовление раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина с массовой концентрацией 0,1 мкг/см³.

1 см³ раствора с массовой концентрацией 10 мкг/см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки толуолом.

2.2.2 Приготовление раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина с массовой концентрацией 1 нг/см³.

1 см³ раствора, приготовленного по п. 2.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки толуолом.

2.2.3 Приготовление контрольного раствора 2,3,7,8-тетрахлордibenзо-*n*-диоксина с массовой концентрацией 100 пг/см³ (100 фг/мкл).

1 см³ раствора, приготовленного по п. 2.2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят до метки толуолом.

Погрешность приготовления контрольного раствора не более ± 12 %.