

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.

«04» апреля 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений  
Хромато-масс-спектрометры газовые с тройным квадруполем  
EXPEC G-Chrom MS

Методика поверки

МП 205-06-2023

Москва 2023 г.

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры газовые с тройным квадруполом EXPEC G-Chrom MS (далее – хромато-масс-спектрометры), изготовленные фирмой "Hangzhou EXPEC Technology Co., Ltd.", Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массы (кг) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

## 2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке средства измерений	8	Да	Да <sup>1)</sup>
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да <sup>1)</sup>
4 Опробование средства измерений: – определение отношения сигнал/шум	10	Да	Да <sup>1)</sup>
	10.1	Да	Да <sup>1)</sup>
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям: – определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала – определение показателей точности результатов измерений	11	Да	Да <sup>1)</sup>
	11.1	Да	Да <sup>1)</sup>
	11.2	Да	Да <sup>2)</sup>
6 Оформление результатов поверки	12	Да	Да

Примечания:

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

<sup>2)</sup> 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 с 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» не предусмотрено.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от +18 до +25
- атмосферное давление, кПа	84 до 106
- относительная влажность воздуха, %	от 20 до 60

### 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 допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего спектрометр.

### 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 25 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 1$ °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более $\pm 3$ %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более $\pm 3$ кПа.	Барометр-анероид БАММ-1, рег. № 5738-76. Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13.
8.1.1, 10.1, 11.1	Контрольный раствор с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/дм <sup>3</sup> .	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 9106-2008 по методике, приведенной в приложении А.
	Вспомогательные средства поверки: Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г. Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, ГОСТ 1770-74. Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, ГОСТ 29227-91. Изооктан квалификации «о.с.ч.» по ТУ 2631-131-44493179-09.	

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

5.3 Все средства измерений, применяемые 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 и иметь действующие паспорта.

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

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ хромато-масс-спектрометра.

## **7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

При внешнем осмотре устанавливают

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

## **8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Готовят контрольный раствор гексахлорбензола с массовой концентрацией 10 мкг/дм<sup>3</sup>. Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении А.

8.1.2 Хромато-масс-спектрометр готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

## **9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Запускают ПО хромато-масс-спектрометра. Название ПО указано в верхней части открывающего окна. Открывают вкладку Help/About. В открывающемся окне высвечивается номер версии ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 4

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MassExpert
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	MassExpert.P004.V004.003
Цифровой идентификатор ПО	-

Результаты поверки считают удовлетворительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

## **10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

При опробовании определяют отношение сигнал/шум.

10.1 Определение отношения сигнал/шум

Определение отношения сигнал/шум выполняют на хромато-масс-спектрометре, укомплектованном аналитической колонкой. Определение отношения сигнал/шум проводят с использованием контрольного раствора гексахлорбензола (ГХБ), указанного в таблице 5, приготовленного по методике, указанной в Приложении А. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение отношения сигнал/шум, приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Режимные параметры и контрольный раствор

Режим сканирования	Определяемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Масса вводимого контрольного вещества	Массовая концентрация контрольного раствора /объем вводимой пробы
МС/МС для перехода 283,2>213,8. Энергия соударений 20-45 эВ*	213,8 а.е.м.	ГХБ/изооктан	10 пг	10 мкг/дм <sup>3</sup> / 1 мм <sup>3</sup>

\* точное значение энергии соударений подбирают в процессе опробования.

После выхода хромато-масс-спектрометра на режим вводят 1 мм<sup>3</sup> контрольного раствора вручную микрошприцем или автоматически с помощью автосамплера.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения отношения сигнал/шум не менее значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Отношение сигнал/шум при дозировании 10 пг гексахлорбензола SRM 283>214 а.е.м., не менее	5000:1
Предел допускаемых значений относительного СКО выходного сигнала при ручном/автоматическом дозировании, %, не более	
- времени удерживания	1/0,5
- площади пика	6/5

## 11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала выполняют на хромато-масс-спектрометре, укомплектованном аналитической колонкой. Измерения проводят после выхода хромато-масс-спектрометра на режим, с использованием контрольного раствора и при условиях, указанных в таблице 5, и в соответствии с руководством по эксплуатации.

Вводят 1 мм<sup>3</sup> контрольного раствора микрошприцем вручную или с помощью автосамплера. Контрольный раствор вводят в хромато-масс-спектрометр не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пиков и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение. Повторяют операцию несколько раз до получения шести достоверных измерений.

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

$X_i$  - значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) при  $i$ -ом измерении;

$n$  – количество измерений.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 6.

## 11.2 Определение показателей точности результатов измерений

При проведении периодической поверки хромато-масс-спектрометров, 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 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хромато-масс-спектрометра заносят в протокол произвольной формы.

12.2 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.

12.3 На хромато-масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.4 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 1 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 Изоктан квалификации «о.с.ч.» по ТУ 2631-131-44493179-09.

#### А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Процедура приготовления контрольных растворов гексахлорбензола

А.2.1.1 Приготовление раствора А с массовой концентрацией гексахлорбензола  $200 \text{ мг/дм}^3$ .

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 10 мг гексахлорбензола. Пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$  добавляют в бюкс  $5 \text{ см}^3$  изооктана, после чего переливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ . 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  $10 \text{ мг/дм}^3$

$5 \text{ см}^3$  раствора А отбирают пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$  и переносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.3 Приготовление раствора В с массовой концентрацией гексахлорбензола  $100 \text{ мкг/дм}^3$  ( $100 \text{ пг/мм}^3$ ).

Отбирают с помощью пипетки  $1 \text{ см}^3$  раствора Б и переносят его в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.1.4 Приготовление раствора Г с массовой концентрацией гексахлорбензола  $10 \text{ мкг/дм}^3$  ( $10 \text{ пг/мм}^3$ ).

5 мл раствора В отбирают с помощью пипетки вместимостью  $5 \text{ см}^3$  и переносят его в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ . 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 хранению не подлежат.