



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

20 ноября 2015 г.

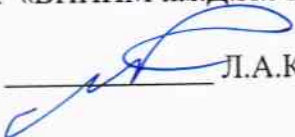
Хромато-масс-спектрометры газовые переносные Griffin 460 GC/MS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП-242-1964-2015

ч.р. 63802-16

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Настоящая методика поверки распространяется на хромато-масс-спектрометры переносные Griffin 460 GC/MS (далее — хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками 1 год.

1. Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

N п/ п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность Проведения	
			при вводе в эксплуатацию	при эксплуатации и после ремонта
1.	Подготовка к поверке	5	да	да
2.	Внешний осмотр и опробование	6.1	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.3	да	да ¹⁾
5.	Определение метрологических характеристик по документу на методику выполнения измерений	—	нет	да ²⁾

Примечания – ¹⁾ Проводится при отсутствии стандартизованной (аттестованной) методики выполнения измерений с использованием хромато-масс-спектрометра.

²⁾ Проводится при наличии стандартизованной (аттестованной) методики выполнения измерений с использованием хромато-масс-спектрометра.

Согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», допускается проводить периодическую поверку в соответствии с разделами «Контроль точности» аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик выполнения измерений (далее – МВИ) или разделов «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизованных МВИ, реализованных на поверяемом хромато-масс-спектрометре (см. примечания к табл.1).

2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки используются следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, вещества:

Средства измерений:

- весы лабораторные высокой точности по ГОСТ 53228 с максимальной нагрузкой 20 или 200 г;
- микрошприцы «Газохром –101», объемом $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 25.05-2152-75¹;
- микрошприцы МШ-10М, объемом $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 2.833.106¹;
- колбы мерные типа 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 (ГОСТ 1770-74);

¹ допускается применение шприцов других производителей с аналогичными параметрами.

- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2 6-2-5 (ГОСТ 29227-91);

Стандартные образцы для приготовления поверочных растворов:

- стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 9106-2008.

Растворители:

- изооктан эталонный по ГОСТ 1433-83.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хромато-масс-спектрометра и детекторов (далее — РЭ) и методику поверки. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих хромато-масс-спектрометр (под контролем поверителя).

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 4.1. Температура окружающего воздуха от +18 до +25°C.
- 4.2. Относительная влажность окружающего воздуха не более 85%.
- 4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.
- 4.4. Напряжение питания 220^{+22}_{-33} В.
- 4.5. Частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

5. Подготовка к поверке

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- приготовлены поверочные растворы согласно п. 6.3.1.1 и 6.3.2.1 настоящей методики;
- проведена проверка герметичности газовых линий хромато-масс-спектрометра согласно РЭ.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность показывающих приборов;
- четкость маркировки.

6.1.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Определение номера версии программного обеспечения.

6.2.1.1. Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About», в результате чего откроется окно,

в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана приведена на рисунке 1.

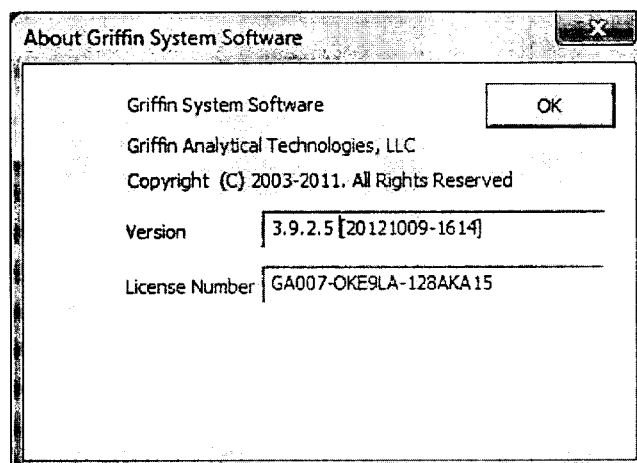


Рис.1. Окно с идентификационными данными программы Griffin System Software

6.2.1.2. Хромато-масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии ПО не ниже 3.9.2.5.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение чувствительности (отношения сигнал/шум).

6.3.1.1. Определение выполняется при следующих условиях:

- хромато-масс-спектрометрическая колонка – DB-5MS (15м/0,18мм/0,18мкм);
- вид ионизации – электронный удар;
- ввод пробы осуществляется в режиме « деление потока 21%»;
- расход газа –носителя (гелия) – 1 мл/мин в режиме постоянного потока;
- метод ввода пробы – инъекция шприцом 1 мкл пробы;
- температура инжектора – 200°C;
- температура входной предколонки – 200°C;
- температура выходной предколонки – 200°C;
- температура цилиндрической ловушки – 150°C;
- режим программирования температуры термостата колонки:
начальная 40°C; конечная 290°C;
скорость нагрева 30°C/мин.
- режим стандартного сканирования масс от 50 до 425 (m/z).

6.3.1.2. Определение отношения сигнал/шум проводится после прогрева прибора и проведения автоматической настройки МСД.

6.3.1.3. Для определения отношения сигнал/шум используется контрольный раствор гексахлорбензол/изооктан с концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/л. Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении А к настоящей методике поверки.

6.3.1.4. Объем вводимой пробы – 1,0 мм³.

6.3.1.5. Ввести пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать автосамплер) и записать хроматограмму. По хроматограмме определить высоту пика m/z 283,8 и размах шума (высота от минимума до максимума шумовой полосы) на участке рядом с пиком справа (время выхода от 5,9 до 6,5 минуты).

6.3.1.6. Действия, указанные в п. 6.3.1.5 выполнить еще 2 раза.

6.3.1.7. Вычислить отношение сигнал/шум по формуле:

$$N = \frac{H_{pik}}{H_n} \quad (1)$$

- высота хроматографического пика (H_{pik})
- размах шума (H_n).

6.3.1.8. За значение отношения сигнал/шум принимают наименьшее значение из ряда значений, полученных при выполнении п. 6.3.1.7.

6.3.1.9. Результаты поверки по п.6.3.1 считаются положительными, если отношение сигнал/шум не менее 75.

6.3.2 Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.2.1. Определение СКО проводят по контрольному раствору гексахлорбензол/изооктан с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мкг/л. Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении А к настоящей методике поверки.

6.3.2.2. Условия, при которых проводятся определения, указаны в п. 6.3.1.1.

6.3.2.3. Объем вводимой пробы – 1 мм³.

6.3.2.4. Вести пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать автосамплер); зафиксировать время удерживания и площадь пика гексахлорбензола. Повторить операцию пять раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

6.3.2.5. Провести расчет относительно СКО с использованием электронных таблиц EXCEL или вручную по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}}, \% \quad (2)$$

где: N – среднее арифметическое результатов n - измерений;

N_k – k -е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.3.2.6. Результаты поверки по п.6.3.2 считают положительными, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает:

- по площади пика 10,0 %.
- по времени удерживания 1,0 %.

7. Оформление результатов поверки

7.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении Б.

7.2. Хромато-масс-спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Хромато-масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

Методика приготовления контрольных растворов

1. Средства измерений, материалы и реактивы

1.1. Стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 9106-2008.

1.2. Изоктан эталонный по ГОСТ 1433-83.

1.3. Весы аналитические, специального класса точности, с пределом взвешивания от 20 до 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,0005$ г.

1.4. Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³ с притертой пробкой 2-ого класса точности по ГОСТ 1770-74.

1.5. Пипетки вместимостью 1,0 и 10,0 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.

2. Процедура приготовления контрольных растворов

2.1. Приготовление раствора 10 мг/л (раствор «А»)

2.1.1 Раствор готовят объемно-весовым способом.

2.1.2. В бюкс, помещенный на чашку аналитических весов с помощью микрошприца вводят 10 мг гексахлорбензола.

2.1.3 Пипеткой 6-2-5 (ГОСТ 29227-91) добавляют в бюкс 2 мл изооктана после чего сливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 1000 мл (2 кл., ГОСТ 1770). Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объем смеси в колбе до метки изоктаном.

2.1.4. Полученный раствор «А» имеет массовую концентрацию контрольного вещества 10 мг/л.

2.1.5. Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л гексахлорбензола используется для приготовления контрольных растворов 10 мкг/л и 100 мкг/л методом последовательного объемного разбавления изоктаном (при необходимости в два этапа).

2.1.7. Количество растворителя, необходимое для получения раствора требуемой концентрации, вычисляют используя следующую формулу:

$$C_{li} = C_{oi} \cdot \frac{V_{oi}}{V_k}, \quad (\text{A.1})$$

где C_{oi} - действительное значение концентрации компонента в растворе, используемом в качестве исходного для разбавления мг/дм³.

V_{oi} - объем раствора, используемого в качестве исходного для разбавления.

V_k - общий объем приготовленного раствора (1000 см³).

C_{li} - расчетная (требуемая) концентрация компонента в контрольном растворе.

ПРОТОКОЛ

Хромато-масс-спектрометр _____ ЗАВ.№ _____
 Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по :

Методике поверки _____
 Сведения о методике измерений² _____

Средства поверки _____

Условия поверки

- температур окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность окружающего воздуха %, _____
- атмосферное давление, кПа _____

Результаты поверки

Внешний осмотр _____

Результаты проверки соответствия ПО. Версия _____

Определение отношения сигнал/шум

№ измерения	Результат определения отношения сигнал/шум	Допускаемое значение отношения сигнал/шум, не менее
1.		
2.		
3.		

Определение относительного СКО выходного сигнала (S_r)

№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Результаты расчета относительного СКО выходного сигнала (по площади пика)

Допускаемое значение (S_r), %, не более	Результат определения значения (S_r), %

Результаты расчета относительного СКО выходного сигнала (по времени удерживания)

Допускаемое значение (S_r), %, не более	Результат определения значения (S_r), %

² Если поверка проводится согласно МИ 2531-99