

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ИЦ ФГУП "ВНИИМС"

В.Н. Яншин

" 25 "

2016 г.



**Хроматографы газовые TRACE 1300/1310  
с масс-спектрометрическими детекторами  
ISQ, Q Exactive GC, DFS, TSQ 8000 Evo/Duo**

**Методика поверки**

*и.р. 04322-16*

Москва 2016 г.

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые TRACE 1300/1310 с масс-спектрометрическими детекторами ISQ, Q Exactive GC, DFS, TSQ 8000 Evo/Duo (далее - хроматографы), изготавливаемые фирмой "Thermo Fisher Scientific" США, фирмой "Thermo Fisher Scientific" (Bremen) GmbH, Германия, 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	Обязательность проведения операции при	
		выпуске из производства и из ремонта	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование:	6.2		
- определение отношения сигнал/шум (для масс-спектрометрических детекторов ISQ, Q Exactive GC, DFS, TSQ 8000 Evo/Duo)	6.2.1		
Определение метрологических характеристик	6.3		
- определение относительного среднего квадратического отклонения СКО выходного сигнала	6.3.1	Да	Да <sup>1</sup>
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	6.3.2	Да	Да <sup>1</sup>
- определение показателей точности результатов измерений	-	Нет	Да <sup>2)</sup>

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

<sup>2)</sup> При наличии НД на МИ.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 7495-98 состава гексахлорбензола;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
- микрошприцы «Газохром - 101», вместимостью  $1 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 25.05-2152-75; микрошприцы МШ-10М, объемом  $10 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 2.833.106;
- микрошприцы «SGE-Chromatec» вместимостью  $1 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup> или  $10 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ 4321-011-12908609-08;
- колбы мерные типа 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2 ГОСТ 29227-91;
- аргон газообразный высокой чистоты, ТУ 6-21-12-94;
- гелий марки "6,0", ТУ 0271-001-45905715;
- изооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06;
- колонка капиллярная TR-5ms (SQC) (15 м x 0,25 мм, толщина фазы 0.25 мкм);
- колонка капиллярная TR-5ms (30 м x 0,25 мм, толщина фазы 0.25 мкм).

Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, ГСО - паспорта.

Допускается применение других средств поверки с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 27;
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80;
- напряжение питания переменного тока, В	220±10%
- частота переменного тока, Гц	50±1%

3.2 Подготовку хроматографа с масс-спектрометрическими детекторами серий ISQ, Q Exactive GC, DFS, TSQ 8000 Evo/Duo к поверке выполняют в соответствии с руководством по их эксплуатации.

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

3.3.1 При проведении поверки хроматографа с инжекторами, обеспечивающими шприцевой ввод жидких проб, используют контрольные смеси веществ, указанные в таблице 2. Смеси приготавливают согласно Приложению 1 к настоящей методике поверки.

Таблица 2

Детектор	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Объем вводимой пробы, мкл
ISQ	Гексахлорбензол/изооктан	0,001	2
Q Exactive GC	Гексахлорбензол/изооктан	0,0001	1
TSQ 8000 Evo/Duo	Гексахлорбензол/изооктан	0,001	1
DFS	Гексахлорбензол/изооктан	0,1	2

### 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации хроматографов с масс-спектрометрическими детекторами ISQ, Q Exactive GC, DFS, TSQ 8000 Evo/Duo.

### 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с хроматографами газовыми с масс-спектрометрическими детекторами ISQ, Q Exactive GC, DFS, TSQ 8000 Evo/Duo, изучившие руководство по их эксплуатации и методику поверки, имеющие техническое образование и навыки работы с приборами.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям НД;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографов и детекторов;
- исправность механизмов и крепежных деталей;

- четкость надписей на лицевой панели;
- правильность размещения хроматографа на рабочей поверхности стола, наличие подведенных к хроматографу газовых коммуникаций.

## 6.2 Опробование

6.2.1 Выполняют пробный ввод контрольной смеси в хроматограф с помощью микрошприца вручную или при помощи автоматического пробоотборника.

6.2.2 Проводят визуальный анализ хроматограммы. Удовлетворительной признаётся хроматограмма, характеризующаяся следующими признаками:

- отсутствием неразделенных пиков;
- симметричной формой пика контрольного вещества;
- временем выхода контрольного вещества в интервале от 2 до 12 мин.

При получении хроматограммы, не удовлетворяющей приведенным выше требованиям, проверяют режимные параметры хроматографа и повторяют операции опробования.

6.2.2 Определение чувствительности (отношение сигнал/шум) масс-спектрометрических детекторов.

6.2.2.1 Определение чувствительности (отношение сигнал/шум) проводят в условиях, указанных в п.3. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение чувствительности прибора, задают в соответствии с руководством по эксплуатации МСД.

6.2.2.2 Контрольный раствор гексахлорбензола приготавливают в соответствии с Приложением 1. После выхода хроматографа с МСД на режим контрольный раствор в соответствии с таблицей 3 вводят вручную шприцом или при помощи автоматического пробоотборника.

Таблица 3

МСД	Режим сканирования	Контролируемый ион	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Объем вводимой пробы, мкл
ISQ	режим Scan 200-300 а.е.м., скорость 2 скан/с, измерение по массе 284	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	0,001	2
Q Exactive GC	режим Scan 200-300 а.е.м., скорость 2 скан/с, измерение по массе 284	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	0,0001	1
DFS	режим Scan 200-300 а.е.м., скорость 2 скан/с, измерение по массе 284	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	0,1	2
TSQ 8000 Evo/Duo	режим Scan 200-300 а.е.м., скорость 2 скан/с, измерение по массе 284	284 а.е.м.	ГХБ/изооктан	0,001	1

6.2.2.3 Значение отношения сигнал/шум определяют путем обработки полученного результата анализа контрольного образца расчетной программой, установленной в системе сбора и обработки данных.

6.2.2.4 Прибор считается выдержавшим поверку, если полученные значения отношения сигнал/шум удовлетворяют требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Контрольное вещество/растворитель	Отношение сигнал/шум не менее	Режим ионизации	МСД
ГХБ/изооктан	600:1	Электронный удар	ISQ
	3000:1		Q Exactive GC
	25:1		DFS
	1000:1		TSQ 8000 Evo/Duo

### 6.3 Определение метрологических характеристик

#### 6.3.1 Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.1.1 Вводят в инжектор-испаритель с помощью микрошприца 5 мкл контрольного раствора и воспроизводят на дисплее хроматограмму.

6.3.1.2 Фиксируют время удерживания в мин ( $t_i$ ) и площадь пика контрольного вещества ( $S_i$ ) в единицах указанных в пункте 6.2.2.4.

6.3.1.3 Повторяют операции по п.п. 6.3.1-6.3.2 десять раз.

6.3.1.4 Относительное СКО выходных сигналов (времени удерживания и площади пика) вычисляют по формулам (1,2):

$$\delta_s = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (S_i - \bar{S})^2}{n-1}} \quad (1),$$

где  $S_i$  –  $i$ -тое значение площади пика;

$\bar{S}$  – среднее арифметическое значение площади пика;

$n$  – число измерений.

$$\delta_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (t_i - \bar{t})^2}{n-1}} \quad (2),$$

где  $t_i$  –  $i$ -тое значение времени удерживания;

$\bar{t}$  – среднее арифметическое значение времени удерживания;

$n$  – число измерений.

6.3.1.5 Найденные значения не должны превышать предел допускаемых значений относительного СКО выходных сигналов:

- по времени удерживания                      2 %;
- по площади пика                                    5 %.

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа.

6.3.2.1 Проводят операции по п. 6.3.1 и определяют средние арифметические значения параметров выходного сигнала (времени удерживания, площади пика)

6.3.2.2 Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по п. 6.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала.

6.3.2.3 Относительное изменение выходного сигнала  $\delta_\tau$  за 8 часов непрерывной работы хроматографа определяют по формуле (3):

$$\delta_\tau = \frac{|\bar{X}_\tau - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (3),$$

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

$\bar{X}_\tau$  – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) в серии экспериментов через 8 часов непрерывной работы.

Изменение выходного сигнала  $\delta_\tau$  не должно превышать значений:

- по площади пиков 3 %;
- по времени удерживания 7 %.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол.

7.2 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.).

7.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымаются 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.).

7.4 После ремонта хроматографы подвергают поверке.

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА В ИЗООКТАНЕ

### 1 Средства измерений и реактивы

- ГСО 7495-98 состава гексахлорбензола в изооктане;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.;
- колбы мерные типа 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки типа 6-2-1, 6-2-2, ГОСТ 29227-91;
- изооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06.

### 2 Приготовление смесей гексахлорбензола в изооктане

#### 2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм<sup>3</sup>

В бюксе, помещённую на чашку аналитических весов, помещают 10 мг ГСО 7495-98 состава гексахлорбензола. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюксу 2 мл изооктана, после чего выливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 1000 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 смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм<sup>3</sup>

Отбирают пипеткой 1 мл смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола.

10 мг/дм<sup>3</sup> и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

#### 2.3 Приготовление контрольной смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,001 мг/дм<sup>3</sup>

Отбирают с помощью пипетки 1 мл смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм<sup>3</sup> и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

Контрольная смесь хранению не подлежит.

#### 2.4 Приготовление контрольной смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,0001 мг/дм<sup>3</sup>

Отбирают с помощью пипетки 1 мл смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм<sup>3</sup> и переносят ее в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

Контрольная смесь хранению не подлежит.