

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые TRACE 1300/1310 с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC (далее – хроматографы), изготавливаемые 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 | Проведение операции при поверке | |
|--|--------------|---------------------------------|------------------|
| | | Первичной | Периодической |
| Внешний осмотр | 6.1 | Да | Да |
| Опробование | 6.2 | | |
| Определение отношения сигнал/шум для масс-спектрометрического детектора Exactive GC | 6.2.3 | | |
| Определение метрологических характеристик: | 6.3 | | |
| - определение относительного среднеквадратичного отклонения СКО выходного сигнала | 6.3.1 | Да | Да ¹⁾ |
| - определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы | 6.3.2 | Да | Да ¹⁾ |
| - определение показателей точности результатов измерений | 6.3.3 | Нет | Да ²⁾ |

Примечания.

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

²⁾ При наличии НД на МИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 9106-2008 состава гексахлорбензола;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.;
- микрошприцы «Газохром - 101», вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ25.05-2152-75; Микрошприцы МШ-10М, объемом $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 2.833.106;
- микрошприцы «SGE-Chromates» вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³ или $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 4321-011-12908609-08;
- колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки 6-2-1, 6-2-2 ГОСТ 29227-91;
- 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 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 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 газового с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC к поверке выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

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

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

Таблица 2

| МСД | Контрольное вещество/растворитель | Массовая концентрация компонента (мг/дм ³) | Объем вводимой пробы (мкл) |
|-------------|-----------------------------------|--|----------------------------|
| Exactive GC | Гексахлорбензол/ изооктан | 0,0001 | 2 |

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности изложены в Руководстве по эксплуатации хроматографов газовых с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с хроматографами газовыми с масс-спектрометрическим детектором Exactive GC, и изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки, имеющие техническое образование и навыки работы с прибором.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям НД;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа и детектора;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели;
- правильность размещения хроматографа на рабочей поверхности стола в соответствии с РЭ;
- наличие подведенных к хроматографу газовых коммуникаций и подаваемых газов соответствующей требованиям РЭ чистоты.

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:

- а) отсутствием неразделенных пиков;
- б) симметричной формой пика контрольного вещества;
- в) 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.

6.2.3 Определение чувствительности (отношение сигнал/шум) масс-спектрометрического детектора.

6.2.3.1 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.

6.2.3.2 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 | Масса вводимого контрольного вещества | Объем пробы |
|-------------|---|--------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|-------------|
| Exactive GC | режим Scan 200-300 а.е.м., скорость 2 скан/сек, измерение по массе 284 | 284 а.е.м. | Гексахлорбензол/ изооктан | 0,1 пг | 2 мкл |

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

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

Таблица 4

| МСД | Контрольное вещество/растворитель | Отношение сигнал/шум, не менее | Режим ионизации |
|-------------|-----------------------------------|--------------------------------|------------------|
| Exactive GC | Гексахлорбензол/ изооктан | 3000:1 | Электронный удар |

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.1.1 Вводят в инжектор-испаритель 4 мкл контрольного раствора с помощью микрошприца и воспроизводят на дисплее хроматограмму.

6.3.1.2. Фиксируют время удерживания (t_i) и площадь пика контрольного вещества (S_i) в единицах указанных в п. 6.2.3.4.

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

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

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 На хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, 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 ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА В ИЗООКТАНЕ

1 Средства измерений и реактивы

- ГСО 9106-2008 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/дм³.

В бюксе, помещённую на чашку аналитических весов, помещают 10 мг ГСО 9106-2008 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 раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм³

Отбирают пипеткой 1 мл раствор с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

2.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,001 мг/дм³

Отбирают пипеткой 1 мл раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

Контрольный раствор хранению не подлежит.

2.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,0001 мг/дм³

Пипеткой отбирают 1 мл раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 0,1 мг/дм³ и переносят ее в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

Контрольный раствор хранению не подлежит.