

УТВЕРЖДАЮ

**Заместитель директора по качеству
ФГУП «ВНИИМС»**



Иванникова Н.В.

28 февраля 2016 г.

**Хромато-масс-спектрометры жидкостные
LCMS-8060**

Методика поверки

и.р. 64401-16

**г. Москва
2016 г.**

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры жидкостные LCMS-8060 фирмы "SHIMADZU CORPORATION", Япония, фирмы "SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING, INC.", США, (далее – хрома-масс-спектрометры) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

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 | 4.1 | Да | Да ¹⁾ |
| Опробование: | 4.2 | | |
| - определение чувствительности (отношения сигнал/шум) | 4.2.1 | Да | Да ¹⁾ |
| Определение метрологических характеристик: | 4.3 | | |
| - определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) | 4.3.1 | Да | Да ¹⁾ |
| - определение показателей точности результатов измерений | 4.3.3 | Нет | Да ²⁾ |

¹⁾ При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563

²⁾ При наличии НД на МИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства:

- резерпин, ФС № 423267-96;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- вода для лабораторного анализа (бидистиллированная), ГОСТ Р 52501-2005;
- азот газообразный очищенный, ГОСТ 9293-74, высший сорт;
- колонка для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), применяемая для варианта обращенно-фазовой ВЭЖХ, например, Shim-pack VP-ODS (150 мм x 2,0 мм, средний размер частиц 5 мкм) или Shim-pack XR-ODSII (50 мм x 2,0 мм);
- термометр типа ТЛ4 № 2 по ГОСТ 215-73;
- психрометр типа ПГ-1БМ по ГОСТ 6353-85;
- барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25-04-1618-72.

Допускается применять другие средства поверки, технические и метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

| | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5 |
| - относительная влажность, °С | от 30 до 80 |
| - атмосферное давление, кПа | 101,3 ± 4 |
| - напряжение питания, В | 230 ± 6 |
| - частота напряжения питания, Гц | 50 ± 1 |

3.2 Подготовительные работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации хромато-масс-спектрометра.

3.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы (методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А).

4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа требованиям технической документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хромато-масс-спектрометров.

4.2 Опробование

4.2.1 При опробовании определяют отношение сигнал/шум.

4.2.2 Отношение сигнал/шум определяют с использованием контрольного раствора и при условиях, указанных в таблице 2.

Таблица 2

| Режим | Электроспрей, MRM, положительная ионизация |
|---|---|
| Элюент | вода/ацетонитрил с объемным соотношением 30/70 |
| Контрольный раствор | резерпин в ацетонитриле |
| Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм ³ | 0,001 |
| Объем пробы контрольного раствора, мкл | 1 |
| Скорость потока элюента, см ³ /мин | 0,4 |
| Масса, а.е.м | 609,3>195,0 |
| Температура блока десольватации (DL), °С | 250 |
| Температура интерфейса, °С | 300 |
| Температура блока нагревателя, °С | 400 |
| Расход газа-распылителя, дм ³ /мин: | 3 |
| Расход осушающего газа, дм ³ /мин: | 10 |

Пробу вводят через капилляр (материал PEEK) длиной (30 – 50) см и внутренним диаметром 0,13 мм, подключенный от автодозатора SIL или ручного инжектора непосредственно к масс-спектрометру. Находят значение отношения сигнал/шум (S/N) для пика со значе-

нием m/z 609,3 > 195,0, используя программное обеспечение LabSolutions LCMC.

Значение S/N должно быть не менее соотношения 12000:1

4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

4.3.1.1 Контрольный раствор (табл. 3) вводят в хромато-масс-спектрометр через хроматографическую колонку не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пика) и вычисляют его среднее арифметическое значение (\bar{X}).

Таблица 3

| Режим | Электроспрей, MRM, положительная ионизация |
|---|--|
| Элюент | Вода/ацетонитрил с объемным соотношением 30/70 |
| Контрольный раствор | Резерпин в ацетонитриле |
| Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм ³ | 0,001 |
| Объем пробы контрольного раствора, мкл | 5 |
| Хроматографическая колонка (длина x внутренний диаметр) | Shim-pack VP-ODS (150 мм x 2,0 мм) или Shim-pack XR-ODSII (50 мм x 2,0 мм) |
| Скорость потока элюента, см ³ /мин | 0,4 |
| Масса, а.е.м | 609,30 > 195,00 |
| Температура DL, °C | 250 |
| Температура интерфейса, °C | 300 |
| Температура блока нагревателя, °C | 400 |
| Расход газа-распылителя, дм ³ /мин: | 3 |
| Расход осушающего газа, дм ³ /мин: | 10 |

4.3.1.2 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика) рассчитывают по формуле

$$\sigma_x = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}},$$

где X_i – i-ое значение выходного сигнала (площади пика).

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать 7 %.

4.3.2 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хромато-масс-спектрометров заносят в протокол.

5.2 Положительные результаты поверки хромато-масс-спектрометров 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.).

5.3 Хромато-масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Хромато-масс-спектрометры изымают 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.).

5.4 После ремонта хромато-масс-спектрометр подвергают поверке.

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"

Ш.Р. Фаткудинова

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС"

О.Л. Рутенберг

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления контрольных растворов резерпина.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1 Резерпин, ФС № 423267-96 или резерпин с содержанием основного вещества не менее 99,0, CAS 50-55-5, номер 83580 по каталогу Sigma-Aldrich

1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

1.3 Мера массы (гири), 2–01 класс точности, ГОСТ 7328-2001.

1.4 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74.

1.5 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-25, ГОСТ 29169-91

1.6 Стаканы В-1-50ТС, ГОСТ 25336-82.

1.7 Вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005.

1.8 Дистиллированная вода, ГОСТ 6709-72.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1. Приготовление исходного раствора резерпина с массовой концентрацией 10 мг/дм³

2.1.1 Взвешивают в стакане 10,0 мг резерпина, добавляют 25 см³ ацетонитрила, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Ополаскивают стакан ацетонитрилом, раствор переносят в мерную колбу, доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают.

2.1.2 Приготовление раствора резерпина с массовой концентрацией 0,1 мг/дм³

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

2.1.3 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 0,001 мг/дм³

1 см³ раствора, приготовленного по п.2.1.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки ацетонитрилом.

Погрешность приготовления контрольного раствора ±5 %.