

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.
«29» августа 2023 г.

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

Методика поверки

МП 205-06-2023

(с изменением № 1)

Москва 2023 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры газовые с тройным квадруполем 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 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 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 ¹⁾
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да ¹⁾
4 Опробование средства измерений:	10	Да	Да ¹⁾
– определение отношения сигнал/шум	10.1	Да	Да ¹⁾
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	11	Да	Да ¹⁾
– определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	11.1	Да	Да ¹⁾
– определение показателей точности результатов измерений	11.2	Да	Да ²⁾
6 Оформление результатов поверки	12	Да	Да

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

²⁾ 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, °C	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 °C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 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 ³ . 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.	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 9106-2008 по методике, приведенной в приложении А.

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/дм³. 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, при изготовленном 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 ³ / 1 мм ³

* точное значение энергии соударений подбирают в процессе опробования.

После выхода хромато-масс-спектрометра на режим вводят 1 мм³ контрольного раствора вручную микрошприцем или автоматически с помощью автосамплера.

Значения отношения сигнал/шум рассчитывают с помощью программного обеспечения при условиях: сглаживание Wave_Filter, smoothing times - 1, levels – 7, noise - 0,5 min.

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	25 000:1
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 мм³ 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 $\bar{X}$ – среднеарифметическое 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"



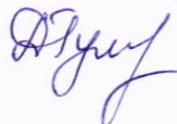
С.В. Вихрова

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 мг/дм^3 .

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 10 мг гексахлорбензола. Пипеткой вместимостью 5 см^3 добавляют в бюкс 5 см^3 изоктана, после чего переливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 50 см^3 . Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём смеси в колбе до метки изоктаном.

А.2.1.2 Приготовление раствора Б с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мг/дм^3

5 см^3 раствора А отбирают пипеткой вместимостью 5 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят объём раствора в колбе до метки изоктаном.

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

Отбирают с помощью пипетки 1 см^3 раствора Б и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят объём раствора в колбе до метки изоктаном.

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

5 мл раствора В отбирают с помощью пипетки вместимостью 5 см^3 и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см^3 . Доводят объём смеси в колбе до метки изоктаном.

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.