

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.п.

17 марта 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хромато-масс-спектрометры жидкостные  
TQL-6300

Методика поверки

МП-242-2652-2026

Руководитель  
научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов в области  
физико-химических измерений

А.В. Колобова

Старший научный сотрудник  
научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов в области  
физико-химических измерений

М.А. Мешалкин

2026

## СОДЕРЖАНИЕ

|                                                                                                                              |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1. Общие положения                                                                                                           | 3  |
| 2. Перечень операций поверки                                                                                                 | 3  |
| 3. Требования к условиям проведения поверки                                                                                  | 4  |
| 4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку                                                                         | 4  |
| 5. Метрологические и технические требования к средствам поверки                                                              | 4  |
| 6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки                                                       | 5  |
| 7. Внешний осмотр средства измерений                                                                                         | 5  |
| 8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений                                                                     | 6  |
| 9. Проверка программного обеспечения средства измерений                                                                      | 6  |
| 10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия<br>средства измерений метрологическим требованиям | 7  |
| 11. Оформление результатов поверки                                                                                           | 9  |
| ПРИЛОЖЕНИЕ А                                                                                                                 | 10 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ Б                                                                                                                 | 12 |

## 1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на хромато-масс-спектрометры жидкостные TQL-6300 (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства их поверки.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого спектрометра к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на спектрометрах методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ Р 8.735.0-2011 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2023 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов;

ГЭТ 208-2024 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямое измерение поверяемым средством величины, функционально связанной с величиной, воспроизводимой стандартным образцом.

## 2. Перечень операций поверки

2.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции              | Обязательность проведения операций при поверке |               | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|------------------------------------|------------------------------------------------|---------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                    | Первичной                                      | Периодической |                                                                                                |
| 1                                  | 2                                              | 3             | 4                                                                                              |
| Внешний осмотр                     | да                                             | да            | п. 7                                                                                           |
| Подготовка к поверке и опробование | да                                             | да            | п. 8                                                                                           |
| Проверка программного обеспечения  | да                                             | да            | п. 9                                                                                           |

Продолжение таблицы 1

| 1                                                                                                                      | 2  | 3  | 4       |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|----|---------|
| Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям: |    |    | п.10    |
| - определение отношения сигнал/шум                                                                                     | да | да | п. 10.1 |
| - определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала                                     | да | да | п. 10.2 |
| - подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям                                                  | да | да | п. 10.3 |

### 3. Требования к условиям проведения поверки

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие климатические условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 17 до + 28;
- относительная влажность воздуха, % не более 75.

3.2. При проведении поверки не допускаются механические воздействия на спектрометр и отклонения от рабочего положения, а также не допускается наличие пыли и паров агрессивных веществ, вызывающих коррозию.

### 4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1. К проведению поверки допускаются лица, изучившие методику поверки средств измерений, руководство по эксплуатации спектрометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке и имеющие навыки работы со средствами измерений, основанными на спектроскопических методах.

### 5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1. При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки.

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки                                                                                                                                                                                                    | Перечень рекомендуемых средств поверки                                                                                                     |
|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1                                                      | 2                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 3                                                                                                                                          |
| п. 8<br>Подготовка к поверке и опробование             | Средство измерений температуры и относительной влажности окружающего воздуха с диапазонами измерений, охватывающими условия поверки по п. 3 и абсолютной погрешностью измерения температуры не более $\pm 1,0$ °С и абсолютной погрешностью измерения относительной влажности не более $\pm 5,0$ %. | Прибор комбинированный Testo 608-H1 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13). |

Продолжение таблицы 2

| 1                                                                                                                              | 2                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 3                                                                                                                                |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| п. 10<br>Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Стандартный образец состава левомецетина. Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли левомецетина от 95,0 % до 100,0 %, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 3,0$ %.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Стандартный образец состава левомецетина ГСО 10165-2012.<br>Стандартный образец состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС) ГСО 12061-2022. |
|                                                                                                                                | Стандартный образец состава резерпина. Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли резерпина от 98,0 % до 100,0 %, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 2,0$ %.<br>Колбы мерные вместимостью 1000 см <sup>3</sup> и 100 см <sup>3</sup> не ниже второго класса точности по ГОСТ 1770-74.<br>Пипетки градуированные вместимостью 0,5; 1,0; 5,0 см <sup>3</sup> не ниже второго класса точности по ГОСТ 29227-91.<br>Стакан вместимостью 50 мл по ГОСТ 25336-82.<br>Весы по ГОСТ OIML R 76-1-2011 специального класса точности, с пределом взвешивания не менее чем от 10 мг до 50 г. |                                                                                                                                  |

- 5.2. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь актуальную запись о поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, а стандартные образцы иметь действующие паспорта.
- 5.3. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с точностью, необходимой для подтверждения его метрологических характеристик.
- 5.4. При приготовлении контрольных растворов (в качестве растворителя) используется метанол особой чистоты (далее - ОСЧ) для жидкостной хроматографии по ТУ 20.14.22-018-29483781-2018 и ацетонитрил для хроматографии ОСЧ по ТУ 2634-002-54260861-2013.

#### **6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

- 6.1. При проведении поверки спектрометров должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 № 903 н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0-75, а также требования руководства по эксплуатации спектрометров.

#### **7. Внешний осмотр средства измерений**

- 7.1. При внешнем осмотре устанавливают соответствие спектрометров следующим требованиям:
- отсутствие видимых дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки;
  - исправность органов управления;
  - соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведённым в описании типа;

- четкость обозначений и маркировки.
- 7.2. Спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.
- 7.3. В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

## **8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

### **8.1. Подготовка к поверке**

- 8.1.1. Перед проведением поверки следует изучить руководство по эксплуатации спектрометра (далее – РЭ) и настоящую методику поверки, провести контроль соответствия условий поверки требованиям раздела 3, а также обеспечить выполнение требований техники безопасности согласно разделу 6 настоящей методики поверки.
- 8.1.2. Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 5 настоящей методики поверки.
- 8.1.3. Перед проведением процедур по определению метрологических характеристик выдерживают спектрометр не менее 2 часов в условиях, указанных в п. 3 настоящей методики поверки.
- 8.1.4. Для выполнения операций по п. 10.1 и п. 10.2 настоящей методики поверки приготовить контрольные растворы левомицетина в метаноле с массовой концентрацией 0,2 мг/мл и 10 мг/мл и контрольные растворы резерпина в ацетонитриле 0,2 мг/мл и 10 мг/мл. Растворы с массовой концентрацией 0,2 мг/мл используются для определения отношения сигнал/шум; растворы с массовой концентрацией 10 мг/мл используются для определения относительного СКО выходного сигнала. Объем вводимой пробы 5 мл. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

### **8.2. Опробование**

- 8.2.1. Опробование спектрометра проводится в автоматическом режиме после включения питания. Результаты опробования считают положительными, если после включения питания спектрометра и после запуска управляющего программного обеспечения (далее - ПО) открывается главное окно ПО и отсутствуют сообщения об ошибках.
- 8.3. Для определения метрологических характеристик по п. 10.1 и п. 10.2 спектрометр представляется владельцем или лицом, предоставившим спектрометр на поверку, с установленными параметрами, указанными в приложении Б.

## **9. Проверка программного обеспечения средства измерений**

### **9.1. Проводят проверку идентификационных данных ПО.**

Идентификационное наименование и версия автономного ПО определяются после запуска ПО. Для получения информации о версии ПО в главном окне ПО необходимо перейти во вкладку Help (Помощь) и открыть окно About (О программе).

- 9.2. Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование и версия ПО соответствуют сведениям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные (признаки) ПО

| Идентификационные данные (признаки)                                                                                                                                                                                                                                                                         | Значение                  |                      |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|----------------------|
| Идентификационное наименование ПО                                                                                                                                                                                                                                                                           | Data Acquisition Software | TQMS Data Processing |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО                                                                                                                                                                                                                                                                   | V1.x.x <sup>1)</sup>      | 1.x.x <sup>1)</sup>  |
| Цифровой идентификатор ПО                                                                                                                                                                                                                                                                                   | -                         | -                    |
| <sup>1)</sup> Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового или буквенно-цифрового обозначения в начале номера версии, и последующим рядом цифр, принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО (обозначенных буквой «х»). |                           |                      |

## 10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

### 10.1. Определение отношения сигнал/шум

10.1.1. Поместить в автодозатор контрольный раствор левомицетина, указанный в п. 8.1.4 настоящей методики поверки. В главном окне ПО Data Acquisition Software нажать кнопку «Data acquisition», ввести номер ячейки автодозатора, из которой будет отбираться проба.

10.1.2. Произвести два последовательных измерения, используя команды «Equilibrium»⇒ «Run Sequence». По окончании измерений результаты будут автоматически сохранены в виде файла.

10.1.3. Поместить в автодозатор контрольный раствор резерпина, указанный в п. 8.1.4 настоящей методики поверки. В главном окне ПО Data Acquisition Software нажать кнопку «Data acquisition», ввести номер ячейки автодозатора, из которой будет отбираться проба.

10.1.4. Произвести два последовательных измерения, используя команды «Equilibrium»⇒ «Run Sequence». По окончании измерений результаты будут автоматически сохранены в виде файла.

10.1.5. Запустить ПО TQMS Data Processing и импортировать файл с результатами измерений, полученными при выполнении п.10.1.2 и п. 10.1.4. После открытия файла использовать команду «Extract ion», выбрать MRM переход, после нажать на кнопку «Edit Integration Method», установить сглаживание «Harmonic Smoothing», «Smooth Count» = 1, после нажать кнопку «Run Integration» и закрыть окно настройки сглаживания. Затем выбрать пик, соответствующий используемому контрольному веществу (пик перехода  $m/z$  321>152 для левомицетина; пик перехода  $m/z$  609>195 для резерпина), нажать на кнопку «Calculate Current Peak S-to-N Ratio» и выбрать область шума. Результаты будут отображены во всплывающем окне. В диалоговом окне выбрать «Yes». В результате на экран будет выведен файл отчета в формате pdf, в котором будет указано значение отношения сигнал/шум.

## 10.2. Определение относительного СКО выходного сигнала

10.2.1. Поместить в автодозатор контрольный раствор левомицетина, указанный в п. 8.1.4 настоящей методики поверки. В главном окне ПО Data Acquisition Software нажать кнопку «Data acquisition», ввести номер ячейки автодозатора, из которой будет отбираться проба.

10.2.2. Произвести шесть последовательных измерений, используя команды «Equilibrium»⇒ «Run Sequence». По окончании измерений результаты будут автоматически сохранены в виде файла.

10.2.3. Поместить в автодозатор контрольный раствор резерпина, указанный в п. 8.1.4 настоящей методики поверки. В главном окне ПО Data Acquisition Software нажать кнопку «Data acquisition», ввести номер ячейки автодозатора, из которой будет отбираться проба.

10.2.4. Произвести шесть последовательных измерений, используя команды «Equilibrium»⇒ «Run Sequence». По окончании измерений результаты будут автоматически сохранены в виде файла.

10.2.5. Запустить ПО TQMS Data Processing и импортировать файлы с результатами измерений, полученными при выполнении п.10.2.2 и п. 10.2.4. После открытия файла в нижней части окна появится таблица, в которой приведены значения времени выхода и площади пика контрольного вещества.

10.2.6. Обработать полученные результаты в соответствии с указаниями, приведенными в пунктах 10.2.6.1 и 10.2.6.2.

10.2.6.1. Используя данные, полученные в п. 10.2.2 и п. 10.2.4, рассчитать относительное СКО выходного сигнала по площади пиков и времени удерживания. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить, как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21; ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

10.2.6.2. Расчет относительно СКО выходного сигнала проводят либо с помощью ПО спектрометра, либо в электронных таблицах (например, MS Excel или др.), либо вручную по формуле:

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

где:  $N$  – среднее арифметическое результатов  $n$ -измерений;

$N_k$  –  $k$ -е значение результата измерений;

$n$  – число измерений.

## 10.3 Подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям

Спектрометр соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, если полученные значения отношения сигнал/шум и относительного СКО соответствуют требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Предельно допускаемые значения метрологических характеристик

| Наименование характеристики                        | Значение |
|----------------------------------------------------|----------|
| Отношение сигнал/шум, не менее                     | 100 000  |
| Относительное СКО площади пика, %, не более        | 8,0      |
| Относительное СКО времени удерживания, %, не более | 2,0      |

## 11. Оформление результатов поверки

11.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

11.2. Сведения о результатах поверки СИ передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

11.3. При положительных результатах поверки по заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие спектрометра метрологическим требованиям, к которому прилагают протокол поверки. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.

11.4. При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают, по заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

### Методика приготовления контрольных растворов

#### А.1. Средства измерений, материалы и реактивы

А.1.1. Стандартный образец состава левомецетина ГСО 10165-2012.

А.1.2. Стандартный образец состава резерпина (Рзп-ВНИИМ-ЭС) ГСО 12061-2022.

А.1.3. Метанол ОСЧ для жидкостной хроматографии по ТУ 20.14.22-018-29483781-2018.

А.1.4. Ацетонитрил для хроматографии ОСЧ по ТУ 2634-002-54260861-2013.

А.1.5. Весы по ГОСТ OIML R 76-1-2011 специального класса точности, с пределом взвешивания не менее чем от 10 мг до 50 г.

А.1.6. Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см<sup>3</sup> с притертой пробкой 2-ого класса точности по ГОСТ 1770-74.

А.1.7. Пипетки градуированные вместимостью 0,5; 1,0; 5,0 см<sup>3</sup> не ниже второго класса точности по ГОСТ 29227-91.

А.1.8. Стакан вместимостью 50 мл по ГОСТ 25336-82.

#### А.2. Процедура приготовления контрольных растворов резерпина

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

А.2.1.1. Раствор готовят объемно-весовым способом.

А.2.1.2. На весах взвешивают 10 мг резерпина.

А.2.1.3. Навеску переносят в стакан, добавляют 25 см<sup>3</sup> ацетонитрила и перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместительностью 1000 мл (2 кл., ГОСТ 1770). Стакан ополаскивают ацетонитрилом и переносят раствор в колбу.

А.2.1.4. Доводят объем смеси в колбе до метки 1000 мл ацетонитрилом.

А.2.1.5. Полученный раствор «А» имеет массовую концентрацию резерпина 10 мг/л.

А.2.2. Приготовление раствора резерпина 0,1 мг/л (100 пг/мкл)

1 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. А.2.1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки ацетонитрилом.

А.2.3. Приготовление контрольного раствора 10 пг/мкл

10 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. А.2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки ацетонитрилом.

А.2.4. Приготовление контрольного раствора 0,2 пг/мкл

1 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п.А.2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят до метки ацетонитрилом

#### А.3. Процедура приготовления контрольных растворов левомецетина

А.3.1. Приготовление раствора 10 мг/л (раствор «А»).

А.3.1.1. Раствор готовят объемно-весовым способом.

А.3.1.2. На весах взвешивают 10 мг левомецетина.

А.3.1.3. Навеску переносят в стакан, добавляют 25 см<sup>3</sup> метанола и перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместительностью 1000 мл (2 кл., ГОСТ 1770). Стакан ополаскивают метанолом и переносят раствор в колбу.

А.3.1.4. Доводят объем смеси в колбе до метки 1000 мл метанолом.

А.3.1.5. Полученный раствор «А» имеет массовую концентрацию левомецетина 10 мг/л.

А.3.2. Приготовление раствора левомицетина 0,1 мг/л (100 пг/мкл).

1 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. А.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки метанолом.

А.3.3. Приготовление контрольного раствора 10 пг/мкл.

10 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. А.3.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки метанолом.

А.3.4 Приготовление контрольного раствора 0,2 пг/мкл

1 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. А.3.2, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят до метки метанолом.

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов не более  $\pm 10$  %.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Б.1. Параметры спектрометра, устанавливаемые при использовании резерпина в качестве контрольного вещества.

Таблица Б.1 – Параметры хроматографа

| Наименование параметра                              | Значение                                                                |           |           |
|-----------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|-----------|-----------|
| Подвижная фаза (Mobile phase)                       | Фаза А: 0,1 % раствор муравьиной кислоты в воде.<br>Фаза В: ацетонитрил |           |           |
| Скорость потока (Total Flow)                        | 0,4 мл/мин                                                              |           |           |
| Соотношение мобильных фаз (Time Program)            | Время                                                                   | Фаза А, % | Фаза В, % |
|                                                     | 0,0                                                                     | 90        | 10        |
|                                                     | 0,8                                                                     | 5         | 95        |
|                                                     | 3,5                                                                     | 5         | 95        |
|                                                     | 3,6                                                                     | 90        | 10        |
|                                                     | 5,0                                                                     | 90        | 10        |
| Объем вводимой пробы (Injection Volume)             | 5 мкл                                                                   |           |           |
| Температура в термостате колонок (Oven Temperature) | 40 °C                                                                   |           |           |
| Хроматографическая колонка (Chromatography column)  | Boltimate C18 2,7 мкм 90А 3,0·100 мм или аналогичная                    |           |           |
| Программа промывки (Program Wash)                   | Wash Port 1: Volume 1000 мкл                                            |           |           |
| Промывочная жидкость (Wash Fluid)                   | 20 % CH <sub>3</sub> OH in H <sub>2</sub> O                             |           |           |

Таблица Б.2 – Параметры масс-спектрометра

| Наименование параметра                                           | Значение               |
|------------------------------------------------------------------|------------------------|
| Полярность (Polarity)                                            | Положительная          |
| Напряжение на распылителе (IonSpray Voltage)                     | 5000 В                 |
| Давление газа распылителя (Nebulizer Gas Flow)                   | 50 psi (345 кПа)       |
| Давление дополнительного газа (Auxiliary Gas Flow)               | 50 psi (345 кПа)       |
| Температура нагревателя источника ионов (Ion Source Temperature) | 550 °C                 |
| Давление занавесочного газа (Curtain Gas Flow)                   | 30 psi (207 кПа)       |
| Тип сканирования (Scan Type)                                     | MRM                    |
| Время сканирования (Dwell Time)                                  | 100 мс                 |
| Ион-предшественник (Precursor ion)                               | 609                    |
| Ион-продукт (Product ion)                                        | 195                    |
| Энергия соударений (Collision Energy)                            | 35 В                   |
| Разрешение (Resolution) Q1 и Q3                                  | Стандартное (Standard) |
| Уровень газа в столкновительной ячейке (Collision Gas)           | 4                      |
| Выходной потенциал столкновительной ячейки (СХР)                 | 6                      |
| Напряжение ВЭУ (Multiplier)                                      | Add 500                |

Таблица Б.3 – Дополнительные параметры

| Наименование параметра    | Значение                    |
|---------------------------|-----------------------------|
| Область шума (Noise area) | 1-1,5 минуты до выхода пика |
| Вид шума (Type of noise)  | Размах (peak-to-peak)       |

Б.2. Параметры спектрометра, устанавливаемые при использовании левомецетина в качестве контрольного вещества

Таблица Б.4 – Параметры хроматографа

|                                                        |                                                         |           |           |
|--------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|-----------|-----------|
| Наименование параметра                                 | Значение                                                |           |           |
| Подвижная фаза (Mobile phase)                          | Фаза А: вода; фаза В: метанол                           |           |           |
| Скорость потока (Total Flow)                           | 0,4 мл/мин                                              |           |           |
| Соотношение мобильных фаз<br>(Time Program)            | Время, мин                                              | Фаза А, % | Фаза В, % |
|                                                        | 0                                                       | 90        | 10        |
|                                                        | 0,5                                                     | 5         | 95        |
|                                                        | 4                                                       | 5         | 95        |
|                                                        | 4,1                                                     | 90        | 10        |
|                                                        | 5,5                                                     | 90        | 10        |
| Объем вводимой пробы (Injection Volume)                | 5 мкл                                                   |           |           |
| Температура в термостате колонок<br>(Oven Temperature) | 40 °C                                                   |           |           |
| Хроматографическая колонка<br>(Chromatography column)  | Boltimate C18 2,7 мкм 90А 3,0·100 мм<br>или аналогичная |           |           |
| Программа промывки (Program Wash)                      | Wash Port 1: Volume 1000 мкл                            |           |           |
| Промывочная жидкость (Wash Fluid)                      | 20 % CH <sub>3</sub> OH in H <sub>2</sub> O             |           |           |

Таблица Б.5 – Параметры масс-спектрометра

| Наименование параметра                                              | Значение               |
|---------------------------------------------------------------------|------------------------|
| Полярность (Polarity)                                               | Отрицательная          |
| Напряжение на распылителе (IonSpray Voltage)                        | 4500 В                 |
| Давление газа распылителя (Nebulizer Gas Flow)                      | 20 psi (138 кПа)       |
| Давление дополнительного газа (Auxiliary Gas Flow)                  | 50 psi (345 кПа)       |
| Температура нагревателя источника ионов<br>(Ion Source Temperature) | 550 °C                 |
| Давление занавесочного газа (Curtain Gas Flow)                      | 50 psi (345 кПа)       |
| Тип сканирования (Scan Type)                                        | MRM                    |
| Время сканирования (Dwell Time)                                     | 100 мс                 |
| Ион-предшественник (Precursor ion)                                  | 321                    |
| Ион-продукт (Product ion)                                           | 152                    |
| Энергия соударений (Collision Energy)                               | 13 В                   |
| Разрешение (Resolution) Q1 и Q3                                     | Стандартное (Standard) |
| Уровень газа в столкновительной ячейке (Collision Gas)              | 4                      |
| Выходной потенциал столкновительной ячейки (CXP)                    | 8                      |
| Напряжение ВЭУ (Multiplier)                                         | Add 500                |

Таблица Б.6 – Дополнительные параметры

| Наименование параметра    | Значение                    |
|---------------------------|-----------------------------|
| Область шума (Noise area) | 1-1,5 минуты до выхода пика |
| Вид шума (Type of noise)  | Размах (peak-to-peak)       |

Значения параметров устанавливаются во вкладках «Method Edition»⇒ «New Method» ПО Data Acquisition Software.

Указанные значения носят рекомендательный характер и могут быть изменены с целью оптимизации результатов измерений.