ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.795— 2012

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТОДИКИ ИДЕНТИФИКАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Общие требования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Федеральный научно-технический центр метрологии систем экологического контроля «Инверсия» (ОАО «ФНТЦ «Инверсия»)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, Техническим комитетом по стандартизации ТК 413

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2012 г. № 1241-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru).

Стандартинформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений МЕТОДИКИ ИДЕНТИФИКАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ Общие требования

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Identification of chemicals substance by a chromato-mass spectrometry method.
The general requirements

Дата введения – 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на методики идентификации химических веществ методом хромато-масс-спектрометрии (далее - методики идентификации) и устанавливает общие положения и требования, относящиеся к разработке, аттестации, применению этих методик и метрологическому надзору за ними.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда..Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 54500.1-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009 Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределенности измерения

ГОСТ Р 54500.3–2011/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008 Неопределенность из измерения

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010–76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018–93 Система стандартов безопасности труда. Пожаро-взрывобезопасность статического электричества. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **объект идентификации [аналит]:** Компонент анализируемой пробы (образца), представляющий собой определяемое (идентифицируемое) соединение (вещество).

3.2 **идентификация:** Установление тождественности характеристик свойств исследуемого вещества с его существенными признаками (критериями).

3.3 **метод хромато-масс-спектрометрии:** Метод анализа химических веществ (главным образом органических соединений) и их смесей, основанный на комбинации двух самостоятельных методов – метода хроматографии, посредством которого проводят разделение смеси на компоненты и масс-спектрометрии, с помощью которого осуществляют идентификацию и установление строения веществ.

3.4 **режим мониторинга множественных реакций;** ММР; режим детектирования заданных масс: Режим при котором первый анализатор настраивают на пропускание ионов с одним фиксированным значением *m*/*z*, а с помощью второго анализатора фиксируют число прошедших ионов либо по одному, либо по нескольким каналам с заданным(и) значением(ями) *m*/*z* фрагментов.

3.5 **объект аналитического контроля:** Анализируемая матрица, содержащая идентифицируемый аналит.

3.6 **критерий идентификации:** Значимая характеристика, по которой устанавливают идентичность аналита.

Примечание – В качестве критериев идентификации приняты:

- время удерживания (определяемое на газохроматографических колонках различной полярности), с, мин;
- индексы удерживания, ед.; усл. ед.;
- расхождение в значениях относительных интенсивностей ионов в регистрируемом диапазоне масс между масс-спектрами аналита и стандартного образца, %.

3.7 **результат идентификации**: Подтверждение или неподтверждение тождественности соответствия свойств образца (аналита), выявленных в ходе проведения идентификации, значимым характеристикам, принятым в качестве критериев идентификации.

Примечание – Тождественность свойств образца и установленных существенных признаков подтверждает его подлинность и соответствие найденному конкретному соединению.

3.8 **предел обнаружения**: Минимально определяемое содержание аналита в пробе объекта аналитического контроля, при котором может быть проведена достоверная идентификация.

3.9 **показатель достоверности методики идентификации:** Критерий (характеристика) идентификации с указанием допускаемых смещений (систематических отклонений) и/или неопределенности их установления.

3.10 **электронная ионизация [ионизация электронным ударом, ударная ионизация]**: Взаимодействие пучка электронов с аналитом в вакууме.

3.11 **химическая ионизация**: Взаимодействие пучка электронов с аналитом в разреженном газе.

3.12 **системный бланк**: Проба объекта аналитического контроля, не содержащая аналита, аналогичная по составу и структуре анализируемой пробе, применяемая для выполнения всех лабораторных манипуляций (хранения, пробоподготовки, анализа).

3.13 **методика идентификации**: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает установление тождества неизвестного соединения с другим известным путем сравнения их физических и химических свойств.

3.14 **аттестация методик идентификации:** Исследование и подтверждение соответствия методик идентификации установленным метрологическим требованиям к идентификации.

3.15 **метрологическая экспертиза методик идентификации:** Анализ и оценка выбора методов, средств измерений, критериев идентификации, правил проведения идентификации, а также контроля качества результатов идентификации в целях установления соответствия методики идентификации предъявляемым к ней метрологическим требованиям.

3.16 **арбитражная методика идентификации:** Методика идентификации, применяемая при возникновении разногласий относительно результатов идентификации, полученных с использованием нескольких методик идентификации одного и того же аналита в одних и тех же условиях, установленная компетентным федеральным органом исполнительной власти или соглашением заинтересованных сторон.

3.17 **неопределенность (измерений):** Параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

Примечания

1 Может возникнуть ситуация, когда значение критерия идентификации потребуется устанавливать экспериментально и оценивать рассеяние значений, которое должно обоснованно быть приписано этому значению, в этом случае необходимо ввести понятие неопределенности его определения. Использование понятия неопределенности при разработке методики идентификации позволит принять решение о соответствии (несоответствии) критерия идентификации установленным нормам (допускам).

2 Неопределенность критерия идентификации понимают как неполное знание значения измеряемой величины, и для количественного выражения этой неполноты вводят распределение вероятностей возможных значений измеряемой величины – параметр, который количественно характеризует точность критерия идентификации. Полагают, что распределение вероятностей возможных значений измеряемой величины не противоречит нормальному распределению.

4 Общие положения

4.1 Методики идентификации методом хромато-масс-спектрометрии разрабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта и применяют с целью обеспечить отождествление аналита с известным химическим веществом с требуемой достоверностью. Блок-схема идентификации представлена на рисунке 1.

4.2 При идентификации руководствуются нормативными правовыми актами Российской Федерации, национальными и международными стандартами, сводами правил и стандартами организаций, правилами и методами анализов.

4.3 Документы, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и содержащие методики идентификации, должны включать в себя сведения об их аттестации, а также сведения о наличии их в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

4.4 Аттестация методик идентификации, применяемых вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений, может быть проведена в добровольном порядке в соответствии с настоящим стандартом.

4.5 Методики идентификации в зависимости от сложности и области применения излагают в отдельном документе, при необходимости – в разделе или части документа.

4.6 Требования к построению, изложению и оформлению методик идентификации должны соответствовать, приведенным в приложении А.

4.7 В методики идентификации разработчиком могут быть внесены изменения. Методики идентификации с внесенными в них изменениями представляют на метрологическую экспертизу и аттестацию в установленном в 6.3 порядке.

5 Разработка методик идентификации

5.1 Разработку методик идентификации осуществляют на основе исходных данных, которые могут быть приведены в техническом задании, технических условиях и других документах.

5.1.1 К исходным данным относят следующие:

- область применения (объект идентификации, объект аналитического контроля), а также область использования – для одного предприятия, для сети лабораторий и т. п.);
- наименование идентифицируемого соединения;
- требования к показателям достоверности идентификации;
- требования к условиям выполнения идентификации;
- при необходимости другие требования к методике идентификации.

5.1.2 Требования к достоверности идентификации приводят путем задания значений критериев (характеристик) идентификации с указанием допускаемых смещений (систематических отклонений), неопределенности их установления и, при наличии, ссылки на документы, в которых эти значения (характеристики) установлены.

5.1.3 Методики идентификации должны гарантировать требуемую достоверность при обеспечении отождествления аналита с известным химическим веществом.

5.2 Разработка методик идентификации, как правило, включает в себя следующее:

- формулирование аналитической задачи, описание аналита и объекта аналитического контроля;
- выбор метода и средств измерений (в том числе стандартных образцов, при их наличии), вспомогательных устройств, материалов и реактивов;

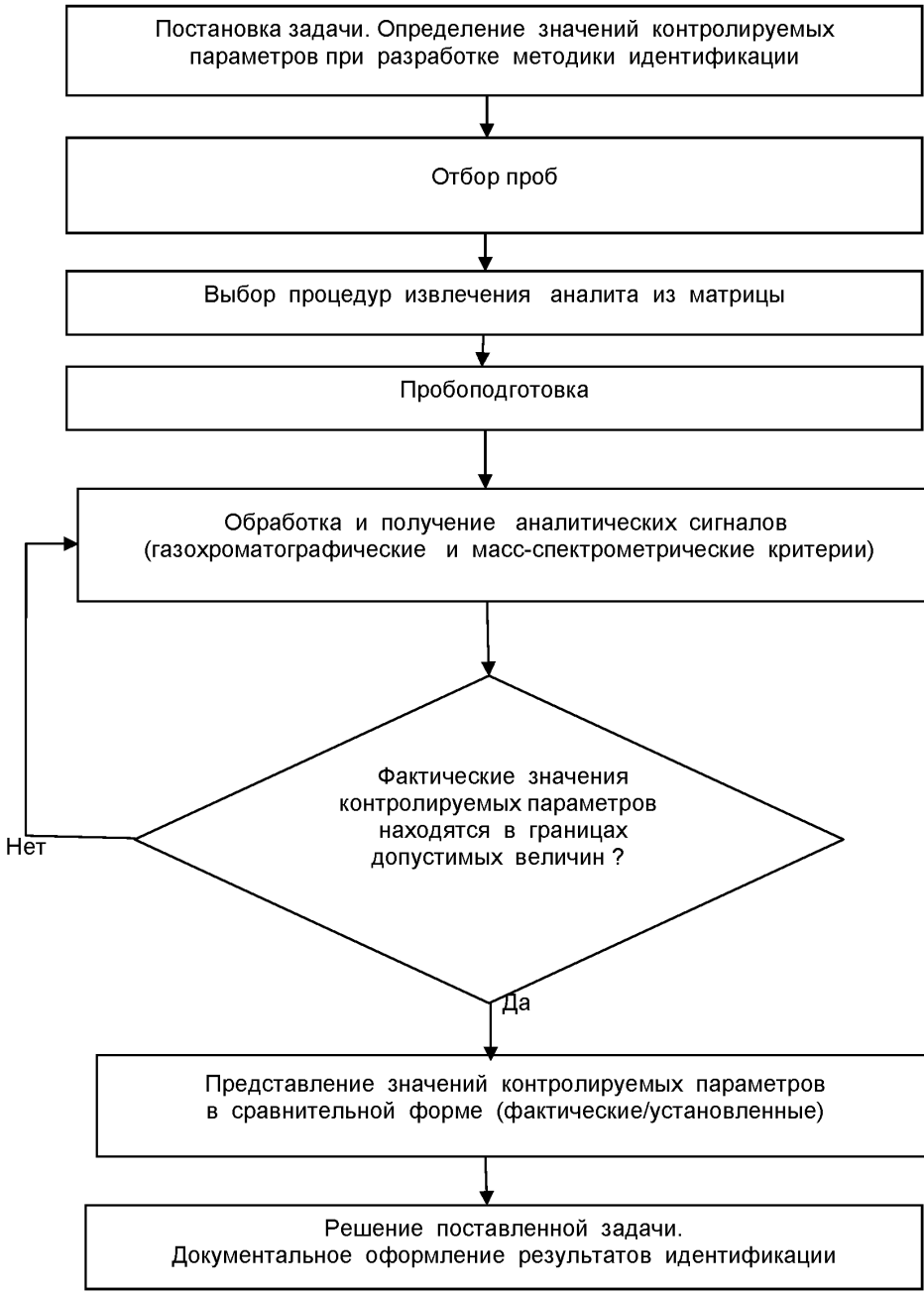

Рисунок 1 – Блок-схема идентификации

- выбор оптимальных критериев, по которым проводится идентификация химических веществ методом хромато-масс-спектрометрии, установленных на основе хроматографических, спектрометрических и расчетных данных;

- установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении идентификации, включая требования по обеспечению безопасности труда и экологической безопасности и требования к квалификации операторов;

- организацию и проведение теоретических и экспериментальных исследований по метрологической оценке приемлемости полученных результатов идентификации химических веществ методом хромато-масс-спектрометрии в виде заданных норм допускаемых смещений (систематических отклонений) критериев идентификации и неопределенности их установления (оценки);
- анализ соответствия критериев идентификации исходным требованиям;
- экспериментальное опробование (экспериментальная апробация) методик идентификации;
- установление критериев идентификации;
- обработку промежуточных результатов анализа и вычисление окончательных результатов, полученных с помощью данной методики идентификации;
- контроль качества результатов идентификации, устанавливающий к ним обязательные метрологические требования, в том числе требования к нормам допускаемых смещений (систематическим отклонениям) критериев идентификации;
- разработку проекта документа на методику идентификации;
- оценку соответствия методики идентификации предъявляемым к ней метрологическим требованиям, в том числе требованиям к нормам допускаемых смещений (систематическим отклонениям) критериев идентификации и неопределенностям их установления (оценки);
- утверждение и регистрацию документа на методику идентификации, оформление свидетельства об аттестации методики идентификации;
- передачу сведений о зарегистрированных методиках идентификации в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

5.2.1 Если методика идентификации предназначена для использования в сфере государственного регулирования, то средства измерений, стандартные образцы, испытательное оборудование должны соответствовать требованиям государственной системы обеспечения единства измерений.

5.2.2 Неопределенность критериев идентификации должна быть приведена в методике идентификации в соответствии с ГОСТ Р 54500.1 и ГОСТ Р 54500.3.

Характеристики неопределенности должны соответствовать исходным данным на разработку методики идентификации. При оценке характеристики неопределенности руководствуются ГОСТ Р 54500.1, ГОСТ Р 54500.3, рекомендациями [1] и руководством [2].

Планирование экспериментов по оценке характеристик неопределенности – в соответствии с руководством [2].

Форма представления результатов – в соответствии с правилами [3].

6 Аттестация методик идентификации

6.1 Методики идентификации, применяемые в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, подлежат аттестации в обязательном порядке.

6.2 Критерии аттестации методики идентификации:
- полнота изложения требований и операций в документе на методику идентификации;
- наличие и обоснованность критериев идентификации;
- соответствие требованиям нормативных правовых документов в области обеспечения единства измерений.

6.3 Метрологическая экспертиза и аттестация методик идентификации, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должны быть проведены в аккредитованной организации, уполномоченной Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии на право проведения метрологической экспертизы документов и аттестации методик измерений.

При положительных результатах метрологической экспертизы, включая подтверждение возможности технического выполнения анализов по заявленной методике, заказчик (разработчик) утверждает методику идентификации.

Методики идентификации должны включать в себя сведения об их аттестации и наличии в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

Аттестация методик идентификации, применяемых вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений, может быть проведена в добровольном порядке в соответствии с настоящим стандартом.

Форма свидетельства об аттестации методики идентификации приведена в приложении Б.

6.4 При аттестации методик идентификации проводят исследование и подтверждение соответствия:
- методик идентификации – их целевому назначению, т.е. соответствия предлагаемой методики свойствам объекта аналитического контроля и характеру определяемого аналита;

- условий выполнения анализа – требованиям к применению методики идентификации;
- критериев идентификации и способов обеспечения достоверности идентификации – установленным метрологическим требованиям;
- используемых в составе методики идентификации средств измерений, стандартных образцов – условиям обеспечения прослеживаемости результатов измерений к государственным первичным эталонам единиц величин, а при отсутствии соответствующих государственных первичных эталонов единиц величин – к национальным эталонам единиц величин, принятых в других государствах;
- записи результатов идентификации – требованиям к единицам величин, допущенным к применению в Российской Федерации;
- форм представления результатов идентификации – метрологическим требованиям.

6.5 На аттестацию методик идентификации представляют следующие документы:
- исходные данные на разработку методики идентификации;
- проект документа, регламентирующего методику идентификации;
- материалы теоретических и экспериментальных исследований методики идентификации.

6.6 При положительных результатах аттестации:
- оформляют заключение о соответствии методики идентификации установленным метрологическим требованиям с приложением результатов теоретических и экспериментальных исследований;
- оформляют свидетельство об аттестации;
- утверждают документ, регламентирующий методику идентификации.

При отрицательных результатах аттестующая организация оформляет заключение о несоответствии методики идентификации предъявляемым метрологическим требованиям, указанным в техническом задании (при его наличии) на разработку данной методики идентификации или в нормативных правовых документах в области обеспечения единства измерений.

6.7 Свидетельство об аттестации методики идентификации подписывает руководитель юридического лица, аттестовавшего методику идентификации, и заверяет печатью с указанием даты.

Свидетельство об аттестации методики идентификации должно содержать следующую информацию:
- наименование и адрес юридического лица, аттестовавшего методику идентификации;
- наименование документа: «Свидетельство об аттестации методики идентификации»;
- регистрационный номер свидетельства, состоящий из порядкового номера аттестованной методики идентификации, номера аттестата аккредитации юридического лица на право проведения метрологической экспертизы документов и аттестации методик измерений и года утверждения;
- наименование и назначение методики идентификации, включая указание аналита [наименование идентифицируемого аналита по системе Международного союза теоретической и прикладной химии (ИЮПАК)], и, при необходимости, наименование объекта идентификации и аналитического контроля, в том числе его дополнительных параметров, а также реализуемого метода анализа;
- наименование и адрес разработчика методики идентификации;
- обозначение и наименование документа, содержащего методику идентификации, год его утверждения и число страниц;
- обозначение и наименование нормативного правового документа, на соответствие требованиям которого аттестована методика идентификации (при наличии соответствующего нормативного правового документа);
- указание способа подтверждения соответствия методики идентификации установленным метрологическим требованиям (теоретические или экспериментальные исследования);
- вывод о том, что в результате аттестации методики идентификации установлено, что методика идентификации соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям.

6.8 Документ, регламентирующий методику идентификации, утверждает, после ее аттестации, руководитель организации-разработчика, проставляют дату утверждения, подпись руководителя заверяют печатью. В методику идентификации вносят дату регистрации и номер свидетельства об аттестации. Страницы документа должны быть идентифицированы. После утверждения оригинал документа (или его дубликат) направляют в аттестующую организацию.

Методики идентификации регистрируют в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, в который разработчик методики или аттестующая организация передает сведения об аттестованных методиках идентификации.

7 Порядок применения методик идентификации

7.1 Аттестованные методики идентификации применяют в строгом соответствии с документом, в котором они изложены, включая контроль допускаемых смещений (систематических отклонений) критериев идентификации и неопределенностей их установления (оценки).

7.2 В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений применяют только аттестованные методики идентификации.

7.3 До внедрения в практику своей деятельности аттестованной методики идентификации в каждой лаборатории, в которой предполагается использовать эту методику, проводят подтверждение ее реализуемости в условиях данной лаборатории с установленными нормами допускаемых смещений (систематических отклонений) критериев идентификации.

7.4 При возникновении спорных ситуаций при наличии двух и более аттестованных методик идентификации аналита в одном и том же объекте аналитического контроля:

- для методик идентификации, регламентированных официально изданными документами, должна быть определена арбитражная методика, которая устанавливается федеральным органом исполнительной власти;
- для методик, не регламентированных официально изданными документами, арбитражная методика идентификации определяется соглашением заинтересованных юридических лиц.

7.5 Претензии пользователей к аттестованным методикам идентификации, возникшие в процессе их применения, должны быть направлены разработчикам методики с необходимыми обоснованиями.

8 Метрологический надзор за аттестованными методиками идентификации

8.1 Государственный метрологический надзор осуществляется за наличием и соблюдением метрологических требований, установленных в аттестованных методиках идентификации, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Свидетельства об аттестации методик идентификации, на которых отсутствует информация по 6.7, должны быть признаны надзорными органами недействительными.

8.2 Метрологические службы юридических лиц осуществляют метрологический надзор за наличием и соблюдением метрологических требований, установленных в аттестованных методиках идентификации, применяемых при реализации своей деятельности.

8.3 При осуществлении государственного метрологического надзора либо метрологического надзора, выполняемого метрологическими службами юридических лиц, проверяют:

- наличие перечня всех методик идентификации, применяемых юридическим лицом или индивидуальным предпринимателем при реализации своей деятельности, в том числе стандартизованных, с выделением методик идентификации, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений;
- наличие документов, регламентирующих методики идентификации, со свидетельствами об аттестации (в соответствии с перечнем);
- наличие информации о передаче сведений об аттестованных методиках идентификации в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений;
- соответствие применяемых средств измерений и других технических средств, условий проведения идентификации, порядка подготовки и проведения идентификации, обработки и оформления результатов идентификации – указанным в документе, регламентирующем методику идентификации;
- соблюдение требований к процедуре контроля качества результатов идентификации;
- соответствие квалификации операторов, выполняющих измерения при идентификации требованиям, установленным в документе на методику идентификации;
- соблюдение требований по обеспечению безопасности труда и экологической безопасности, указанных в документе, регламентирующем методику идентификации.

Приложение А
(обязательное)

Построение, изложение и оформление документов на методики идентификации

А.1 Документ, регламентирующий методику идентификации должен включать в себя вводную часть, наименование методики на русском и английском языках, а также следующие разделы и приложения:

- назначение и область применения;
- условия выполнения анализа;
- основы идентификации;
- средства измерений, вспомогательные устройства и технические средства, посуда, материалы и реактивы;
- требования к квалификации операторов;
- требования безопасности и охраны окружающей среды;
- подготовка к проведению анализа;
- выполнение анализа;
- обработка результатов анализа;
- контроль качества результатов идентификации;
- оформление результатов анализа;
- приложение А (справочное) Библиотечный масс-спектр идентифицируемого аналита;
- приложение Б (рекомендуемое) Форма протокола результатов идентификации.

Примечания

1 Допускается исключать или объединять указанные разделы и приложения, изменять их наименования, а также вводить дополнительные разделы с учетом специфики идентификации.

2 Элементы «Содержание», «Нормативные ссылки», «Термины и определения», «Обозначения и сокращения», «Библиография» приводят в документе с учетом особенностей его содержания.

А.2 Раздел «Назначение и область применения» устанавливает назначение и область применения документа на методику идентификации. Раздел излагают в следующей редакции: «Настоящий документ (указывают вид разрабатываемого документа) устанавливает методику идентификации (указывают наименование определяемого аналита, при необходимости его специфику и специфику идентификации, а также, наименование объекта аналитического контроля)». Далее указывают предел обнаружения аналита и область использования методики идентификации.

А.3 Раздел «Условия проведения идентификации» содержит перечень влияющих величин, их номинальные значения и (или) границы диапазонов возможных значений, а также другие характеристики влияющих величин, требования к аналиту. Влияющими величинами могут быть параметры сред (образцов), напряжение и частота тока питания и другие характеристики.

А.3.1 Первый пункт раздела излагают следующим образом: «При выполнении анализа соблюдают следующие условия: ...» или «При выполнении анализа соблюдают условия, приведенные в таблице А.1».

Таблица А.1

Наименование измеряемой величины	Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельное отклонение

А.4 Раздел «Основы идентификации» содержит описание приемов идентификации аналита в определенном объекте аналитического контроля в соответствии с принципом, положенным в основу метода идентификации. Если для идентификации одного аналита применяют несколько методов или документ устанавливает методики идентификации двух и более аналитов, то описание каждого метода приводят в отдельном подразделе.

А.4.1 Если идентификации аналита предшествует химическая реакция (например, получение производных аналита), то образующиеся продукты должны быть устойчивыми в течение времени, необходимого для определения; это время должно быть указано в описании методики идентификации.

При использовании опасных реактивов и получении вредных и опасных для здоровья человека химических веществ указывают правила обращения с ними.

А.4.2 Рекомендуется описывать в методике идентификации физико-химические и токсические свойства аналита и используемых реактивов.

А.4.3 В методике должны быть приведены мешающие факторы, которые могут возникнуть при реализации данной методики идентификации и указаны способы их устранения (минимизации).

А.4.4 Идентификацию каждого аналита проводят на основании масс-спектрометрических данных, полученных при использовании, как минимум, двух способов ионизации: электронной ионизации («электронного удара») и одного из «мягких» способов ионизации, позволяющих получить массовый ион (химической ионизации, электрораспыления при атмосферном давлении, фотоионизации).

Примечания

1 Если молекулярный ион аналита получен при электронной ионизации, то допускается не применять второй способ, например, как в случае анализа полиароматических углеводородов.

2 При применении тандемной масс-спектрометрии второй способ не обязателен.

А.5 Раздел «Средства измерений, вспомогательные устройства и технические средства, посуда, материалы и реактивы» содержит перечень всех средств измерений, вспомогательных устройств, материалов, реактивов, применяемых при идентификации.

В разделе приводят метрологические характеристики средств измерений и стандартных образцов, технические характеристики вспомогательных устройств и качественные характеристики материалов и реактивов с обозначением документов, в соответствии с которыми их выпускают (для методик идентификации в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений указывают типы средств измерений и стандартных образцов).

А.5.1 Метрологические, технические и другие характеристики при большом объеме могут быть приведены в приложении.

А.5.2 В приложении могут быть приведены чертежи, технические характеристики и описания средств измерений и вспомогательных устройств разового изготовления.

А.5.3 В разделе допускается указывать на возможность применения других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

А.6 Раздел «Требования к квалификации операторов» содержит сведения об уровне квалификации (профессии, образовании, практическом опыте и др.) лиц, допускаемых к проведению идентификации.

А.7 Раздел «Требования безопасности и охраны окружающей среды» содержит требования, выполнение которых обеспечивает при проведении идентификации безопасность труда, соблюдение норм производственной санитарии и охрану окружающей среды.

А.7.1 При наличии нормативных документов, регламентирующих требования безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды, в разделе приводят ссылки на них:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018 и ГОСТ Р 12.1.019;
- требования пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

А.8 Раздел «Подготовка к проведению анализа» содержит описание подготовительных работ, проводимых непосредственно перед выполнением идентификации.

К этим работам относят предварительное определение значений влияющих величин, сборку схем (для этого в разделе или приложении приводят схемы), подготовку и проверку режимов работы средств измерений и других технических средств, выбор процедур извлечения аналита из матрицы и подготовку анализируемых проб к идентификации.

А.8.1 В разделе приводят описание контроля аналитической системы, в том числе:

- условия работы хроматографа (или масс-спектрометра);
- условия хроматографирования и записи масс-спектров, в том числе условия хроматографического разделения, режим ионизации и условия работы масс-спектрометрического детектора;
- критерии приемлемости для настройки масс-спектрометрического детектора.

Аналитическую систему считают пригодной для дальнейшего проведения анализа при выполнении следующих условий:

- определены все тестовые соединения;
- анализ холостой пробы показывает отсутствие помех, вызванных загрязнениями аналитической системы, посуды и реактивов;
- значение соотношения сигнал/шум для соединений соответствует заданному значению.

А.8.2 Если порядок подготовительных работ установлен в документах на средства измерений и другие технические средства, то в разделе приводят ссылки на эти документы.

А.9 Раздел «Выполнение анализа» содержит перечень, объем, последовательность операций, периодичность и число анализов, описание операций, критерии приемлемости результатов идентификации, требования к представлению промежуточных и конечных результатов (число значащих цифр и др.).

А.9.1 Для получения достоверных результатов идентификации рекомендуется соблюдать следующий протокол анализа образцов:

1 – системный бланк;

2 – исследуемый образец пробы;

3 – образец сравнения для подтверждения идентификации (добавка аналита (определяемого соединения) в исследуемый образец или в системный бланк).

А.9.2 В разделе устанавливают критерии приемлемости для системного бланка и также приводят описание операций по устранению влияния мешающих компонентов пробы.

А.9.3 Требования к масс-спектру аналита:

- пик характеристичного иона, имеющий максимальное значение в любом выбранном масс-спектре;
- максимальное расхождение в значениях относительных интенсивностей ионов в регистрируемом диапазоне масс для анализируемого масс-спектра не должно отличаться более чем на определенное значение для стандартного масс-спектра, %;
- соотношение молекулярных ионов в случае изотопов должно соответствовать природному.

А.9.4 Требования к хроматограмме аналита:

- ширина пиков соединений не более заданного значения сканов;
- нахождение в заданных пределах показателя симметричности пика;
- значение соотношения сигнал/шум соответствует заданному значению;
- ширина окна должна быть соответствующей (как минимум 2 мин до и после пика определяемого вещества).

А.9.5 Идентификацию проводят на основании следующих критериев идентификации:

- время удерживания (определяемое на газохроматографических колонках различной полярности), с, мин;
- индексы удерживания, ед.; усл. ед.;
- сравнение масс-спектра при электронной ионизации с масс-спектром стандартного образца, полученным в аналогичных условиях, %;
- наличие трех подтверждающих ионов при электронной ионизации в режиме селективного мониторинга ионов;
- наличие молекулярных ионов при химической ионизации;
- наличие, как минимум, двух *m/z* фрагментов в режиме мониторинга множественных реакций (ММР), так называемом режиме детектирования заданных масс, при использовании тандемной масс-спектрометрии.

А.10 Раздел «Обработка результатов анализа» содержит описание способов обработки и получения результатов идентификации.

В разделе устанавливают требования для признания идентификации положительной:

- отличие времени удерживания для соединений, содержащихся в смеси, от ожидаемого, с, мин;
- отличие значений индексов удерживания аналита от ожидаемых значений, ед., усл. ед.;
- показатель (коэффициент) совпадения масс-спектрометрических характеристик аналита с масс-спектром сравнения, %.

А.11 Раздел «Контроль качества результатов идентификации» содержит сведения о контролируемых критериях идентификации, числовые значения критериев идентификации с указанием норм допускаемых смещений (систематических отклонений) критериев идентификации и достоверности их определения. Достоверность характеризуется неопределенностью критериев идентификации, установленной в соответствии с ГОСТ Р 54500.1и ГОСТ Р 54500.3.

А.12 Раздел «Оформление результатов анализа» содержит требования к форме представления результатов идентификации. Формы представления результатов идентификации в документе на методику идентификации должны соответствовать формам представления результатов идентификации, приведенным в свидетельстве об аттестации.

А.12.1 В приложении «Форма протокола результатов идентификации» указывают следующую информацию:

- место и дату проведения эксперимента;
- ссылку на методику идентификации;
- вид, происхождение и наименование пробы;
- способ и дату отбора пробы, шифр пробы;
- дату поступления и анализа пробы;

- результаты идентификации;
- причины отклонений в процедуре определения от установленных условий (при наличии).

Протокол заверяют подписями исполнителей и руководителя организации (лаборатории), выполнившей работу по идентификации.

Форма протокола представлена в приложении В.

А.13 Правила оформления документа, регламентирующего методику идентификации

А.13.1 Титульный лист документа, регламентирующего методику идентификации должен содержать следующие сведения:

- статус документа;
- наименование организации-разработчика методики идентификации;
- обозначение (шифр) документа на методику идентификации, присвоенное организацией-разработчиком или организацией, проводившей метрологическую экспертизу;
- наименование методики идентификации;
- наименование населенного пункта, где расположена организация-разработчик;
- год принятия.

А.13.2 Страница, следующая за титульным листом документа, регламентирующего методику идентификации, должна содержать следующие сведения:

- юридический адрес организации-разработчика, инициалы, фамилию руководителя организации-разработчика методики идентификации;
- юридический адрес организации, проводившей метрологическую экспертизу и аттестацию методики идентификации, инициалы, фамилию руководителя.

А.13.3 Последняя страница документа, регламентирующего методику идентификации должна содержать следующие сведения:

- инициалы, фамилии:
- руководителя разработки;
- исполнителей;
- соисполнителей;
- дату принятия документа.

Приложение Б
(обязательное)

Форма свидетельства об аттестации методики идентификации

_____

наименование организации, выдавшей свидетельство

СВИДЕТЕЛЬСТВО
№ _____

об аттестации методики идентификации

Выдано _____ 20__ г.

Действительно до _____ 20__ г.

Настоящим удостоверяется соответствие методики идентификации

_____

наименование методики идентификации

_____

наименование организации – разработчика методики идентификации

предъявляемым к ней метрологическим требованиям

_____

приводят перечень метрологических требований с указанием числа лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте при их установлении

_____

указывают способ подтверждения соответствия методики идентификации установленным метрологическим требованиям

Приложение: перечень критериев идентификации с указанием допускаемых смещений (систематических отклонений), неопределенности их установления (оценки).

Руководитель	Личная подпись	Расшифровка подписи (инициалы, фамилия)

МП

Приложение В
(рекомендуемое)

Форма протокола результатов идентификации вещества

_____

место проведения эксперимента: наименование организации (лаборатории),
номер аттестата аккредитации и срок его действия

УТВЕРЖДАЮ
_____
_____
«____»_____г.

Протокол идентификации № ____

Дата выдачи: «____»_____г.

Наименование и адрес заказчика:_____

Акт об отборе пробы: №_____
Дата отбора пробы «____»_____г.
Шифр пробы: _____ Акт об отборе пробы прилагается.
Дата поступления пробы: «___»_____г. время: ____ ч ____ мин
Дата начала проведения анализа:
«___»_____г. время: ____ ч ____ мин
Дата окончания проведения анализа:
«___»_____г. время: ____ ч ____ мин
Методика идентификации (номер, наименование, срок её действия):_____
Средства измерений (заводской номер, свидетельство о поверке и срок его действия):
_____

Результаты идентификации вещества _____

Ответственный за проведение эксперимента _____
подпись

Библиография

[1]	МИ 3281–2010	Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка результатов измерений – Пояснения к «Руководству по выражению неопределенности измерений»
[2]	Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК (EVRAHIM / CITAC Guide	Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях.– 2-е изд., 2000. В пер. с англ. - СПб: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002
[3]	ПМГ 96–2009	Правила по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления

УДК 543.054:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: идентификация, методика идентификации, хромато-масс-спектрометрия

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60х84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 60 экз. Зак. 1218.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru