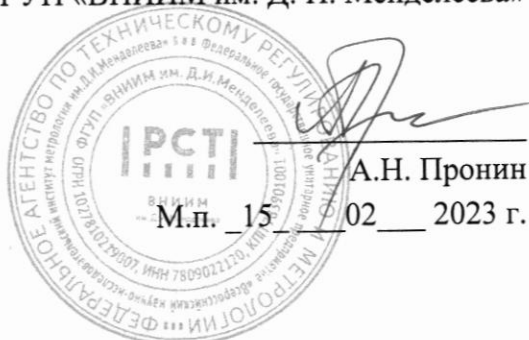


Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

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

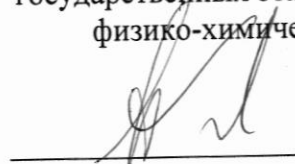

А.Н. Пронин
М.п. 15 02 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

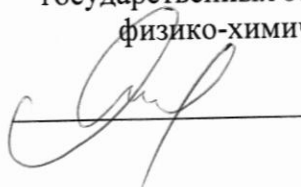
Масс-спектрометры времяпролетные Люмас ИТР-301

Методика поверки
МП-242-2524-2023

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


А.В. Колобова

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


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры времяпролетные Люмас ИТР-301 (далее по тексту - масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого масс-спектрометра к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на масс-спектрометре методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «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 196-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов.

ГЭТ 208-2019 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.

П р и м е ч а н и я

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8
Проверка соответствия программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик:			
- определение разрешения масс-спектрометра	Да	Да	10.1
- определение чувствительности масс-спектрометра	Да	Да	10.2
- определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала	Да	Да	10.3
Подтверждение соответствия масс-спектрометров метрологическим требованиям	Да	Да	11
Оформление результатов поверки	Да	Да	12

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 17 до 28 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации масс-спектрометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки по 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
Раздел 3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 17 до 28 °С, абсолютная погрешность не более $\pm 0,6$ °С. Средства измерения относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 до 80 %, абсолютная погрешность не более $\pm 5,0$ % Средства измерения атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106 кПа, абсолютная погрешность не более $\pm 0,5$ кПа	Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79, (регистрационный номер в ФИФ № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 106 кПа; абсолютная погрешность $\pm 0,2$ кПа. Прибор комбинированный Testo-908-N1 (регистрационный номер в ФИФ № 53505-13), диапазон измерений температуры от 0 до +50 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,5$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 15 до 85 %, абсолютная погрешность $\pm 3\%$.
Раздел 10 Определение метрологических характеристик масс-спектрометров	Стандартный образец утвержденного типа состава меди с аттестованными значениями массовой доли олова от 0,03 до 0,07 % (абсолютная погрешность не более $\pm 0,005$ %) и свинца (от 0,03% до 0,07 % абсолютная погрешность не более $\pm 0,005$ %)	Стандартный образец состава меди ГСО 11336-2019 (массовая доля олова 0,0489 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0021$ %, массовая доля свинца 0,0495 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0026$ %)*
* ПГ - границы относительной погрешности для $P = 0,95$.		

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых масс-спектрометров с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть поверены, а стандартные образцы иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки масс-спектрометров следует соблюдать:

- требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 № 903н в редакции, актуальной на момент проведения поверки;
- требования Правил промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением, Утвержденных приказом Ростехнадзора от 15.12.2020 № 536 в редакции, актуальной на момент проведения поверки;
- требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации масс-спектрометров.

7 Внешний осмотр

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие масс-спектрометров следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Масс-спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации масс-спектрометров и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований безопасности согласно разделу 6.

8.1.2 Подготавливают к работе средства поверки, перечисленные в разделе 5.

8.1.3 В держатель образца масс-спектрометра устанавливают стандартный образец состава меди (ГСО 11336-2019) в виде цилиндра диаметром 10 мм и высотой 2 мм.

8.1.4 Подготавливают масс-спектрометр к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации. Подготавливают к приему данных компьютер и программное обеспечение.

8.2 Опробование

Проверяют работоспособность масс-спектрометра путем запуска процедуры сбора данных. Результаты опробования считают положительными, если осуществлена запись данных и отсутствуют сообщения об ошибках.

9 Проверка соответствия программного обеспечения

9.1 Запускают ПО «Lumas» стандартными средствами операционной системы, в главном меню выбирают элемент Помощь/О программе. При этом появится окно с информацией о метрологически значимой части ПО. Для закрытия окна нажимают кнопку «ОК».

9.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии ПО соответствует идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений» или выше.

10 Определение метрологических характеристик

10.1 Определение разрешения масс-спектрометра

10.1.1 В программном обеспечении «Lumas» задают число регистрируемых спектров $5 \cdot 10^5$, а остальные параметры загружают из файла «Поверка».

10.1.2 Идентифицируют в зарегистрированном масс-спектре компоненты, соответствующие изотопам ^{27}Al , ^{120}Sn и ^{208}Pb .

10.1.3 Используя программное обеспечение «Lumas», находят разрешение (R) по формуле

$$R = \frac{m_0}{m_2 - m_1}. \quad (1)$$

где m_0 – значения массы, соответствующее максимуму высоты пика соответствующего изотопа, а.е.м.;

m_1 и m_2 – значения массы, соответствующие половине высоты пика соответствующего изотопа слева и справа от максимума, а.е.м.

10.2 Определение чувствительности масс-спектрометра

10.2.1 Используя масс-спектр, зарегистрированный по 10.1.1, при помощи программного обеспечения к масс-спектрометру находят выходные сигналы контрольных элементов (олова и свинца), представляющие собой сумму высот пиков изотопов олова ($m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$) и сумму высот пиков изотопов свинца ($m/z = 206, 207, 208$) соответственно.

10.2.2 Рассчитывают чувствительность масс-спектрометра при регистрации пиков изотопов олова ($m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$) и свинца ($m/z = 206, 207, 208$), B , (имп)/(%) по формуле:

$$B = \frac{I}{Q}, \quad (2)$$

где I – выходной сигнал масс-спектрометра (сумма высот пиков изотопов соответствующего контрольного элемента (олово - $m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$, свинец - $m/z = 206, 207, 208$), имп;

Q – массовая доля соответствующего элемента по паспорту стандартного образца, %.

10.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала

10.3.1 Регистрируют масс-спектр стандартного образца состава меди, подготовленного по 8.1.3. В программном обеспечении задают число регистрируемых масс-спектров $1 \cdot 10^5$, а остальные параметры загружают из файла «Поверка».

П р и м е ч а н и е - Если определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала масс-спектрометра проводят сразу же после определения разрешения (см. 10.1) и чувствительности (см. 10.2), то извлечение и повторная установка образца не требуется.

10.3.2 Используя программное обеспечение к масс-спектрометру, для каждого измерения находят выходные сигналы контрольных элементов, представляющие собой сумму высот пиков изотопов олова ($m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$) и сумму высот пиков изотопов свинца ($m/z = 206, 207, 208$), и нормируют их на выходной сигнал (высоту пика) для изотопа меди ^{65}Cu по формуле:

$$I_{n,i} = \frac{I_i}{\bar{I}_{\text{Cu}}}, \quad (3)$$

где I_i - результат i -ого измерения выходного сигнала контрольного элемента (олова или свинца), имп;

\bar{I}_{Cu} - выходной сигнал для изотопа меди ^{65}Cu , имп.

10.3.3 Для каждого элемента вычисляют среднее арифметическое полученных значений выходного сигнала (\bar{I}_n) по формуле:

$$\bar{I}_n = \frac{\sum_{i=1}^k I_{n,i}}{k}, \quad (4)$$

где $I_{n,i}$ - результат i -ого измерения выходного сигнала для соответствующего элемента, нормированный на выходной сигнал для изотопа меди ^{65}Cu (см. 10.3.2), имп.;

k - число измерений образца.

10.3.4 Вычисляют среднеквадратическое отклонение выходного сигнала по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (I_{n,i} - \bar{I}_n)^2}{k - 1}}, \quad (5)$$

10.3.5 Вычисляют относительное значение среднеквадратического отклонения выходного сигнала по формуле:

$$S_{\text{отн}} = \frac{S}{\bar{I}_n} \times 100, \quad (6)$$

11 Подтверждение соответствия масс-спектрометров метрологическим требованиям

Соответствие поверяемого масс-спектрометра установленным метрологическим требованиям, приведенным в описании типа средств измерений, считают удовлетворительными, если выполняются следующие требования:

- разрешение для изотопов ^{27}Al , ^{120}Sn и ^{208}Pb не менее 1600, 2500 и 3500 соответственно;
- чувствительность масс-спектрометра контрольных элементов контрольных элементов - олова и свинца составляет не менее $1 \cdot 10^6$ имп/‰.
- относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала масс-спектрометра для контрольных элементов - олова и свинца не превышает 7 %.

Несоответствие масс-спектрометра хотя бы одному из перечисленных требований означает его несоответствие установленным метрологическим требованиям.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты, полученные при поверке, оформляют в форме протокола в соответствии с требованиями организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

12.2 Сведения о результатах поверки масс-спектрометров в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений передаются организацией, проводящей поверку, в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.3 Масс-спектрометр, прошедший поверку с положительным результатом, признается годными и допускается к применению. По заявлению владельца масс-спектрометра или лица, представившего масс-спектрометр на поверку, на него выдается свидетельство о поверке средства измерений или в формуляр вносится запись о проведенной поверке с указанием даты поверки, заверяемая подписью поверителя и клеймом.

12.4 При отрицательных результатах поверки масс-спектрометр к применению не допускается, по заявлению владельца или лица, представившего его на поверку, на него в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации выдается извещение о непригодности с указанием причины.

12.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (в случае его оформления).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

от _____
(дата поверки)

Наименование СИ	
Зав. №	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °C	От 17 до 28	
Относительная влажность воздуха, %	Не более 75	
Атмосферное давление, кПа	От 84 до 106,7	

Средства поверки

(Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/ аттестации)

Внешний осмотр средства измерений _____
(Результаты внешнего осмотра средства измерений)

Опробование средства измерений _____
(Результаты опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений _____
(Результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик (обозначения приведены в 10.1 - 10.3)

1. Определение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала масс-спектрометра

Олово	
№	$I_{n,i}$
1	
2	
3	
4	
5	
6	
\bar{I}_n	
S	
$S_{отн}, \%$	
Требование, %	7
Заключение	

Свинец	
№	$I_{n,i}$
1	
2	
3	
4	
5	
6	
\bar{I}_n	
S , имп	
$S_{отн}, \%$	
Требование, %	7
Заклучение	

2. Определение чувствительности масс-спектрометра

Олово	
I , имп	
Q , %	0,0489
B , имп/%	
Требование	10^6
Заклучение	

Свинец	
I , имп	
Q , %	0,0495
B , имп/%	
Требование	10^6
Заклучение	

3. Определение разрешения

Параметр	Изотопы		
	^{27}Al	^{120}Sn	^{208}Pb
R			
Требование	1600	2500	3500
Заклучение			

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____

(Подпись, расшифровка подписи)