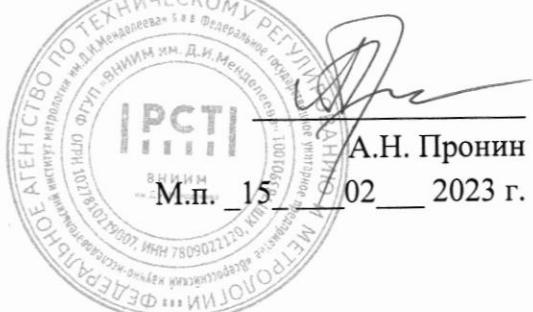


Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

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



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, воспроизведенной 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 - определение чувствительности масс-спектрометра - определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала	Да Да Да	Да Да Да	10.1 10.2 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 соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 17 до 28 °C;
- 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 по-верки, требую-щие применение средств поверки	Метрологические и техни-ческие требования к сред-ствам поверки, необходи-мые для проведения по-верки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 3 Требования к условиям про-ведения по-верки	<p>Средства измерений темпе-ратуры окружающей среды в диапазоне от 17 до 28 °C, абсолютная погрешность не более <math>\pm 0,6</math> °C.</p> <p>Средства измерения относи-тельной влажности воздуха в диапазоне от 15 до 80 %, абсолютная погрешность не более <math>\pm 5,0</math> %</p> <p>Средства измерения атмо-сферного давления в диапа-зоне от 84 до 106 кПа, абсо-лютная погрешность не бо-лее <math>\pm 0,5</math> кПа</p>	<p>Барометр-анероид метеорологиче-ский БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79, (регистрационный номер в ФИФ № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 106 кПа; абсолютная погреш-ность <math>\pm 0,2</math> кПа.</p> <p>Прибор комбинированный Testo-908-H1 (регистрационный номер в ФИФ № 53505-13), диапазон изме-рений температуры от 0 до +50 °C, абсолютная погрешность <math>\pm 0,5</math> °C; диапазон измерений относительной влажности от 15 до 85 %, абсо-лютная погрешность <math>\pm 3\%</math>.</p>
Раздел 10 Определение метрологиче-ских характеристи-стик масс-спект-рометров	<p>Стандартный образец утвержденного типа состава меди с аттестованными зна-чениями массовой доли олова от 0,03 до 0,07 % (аб-солютная погрешность не более <math>\pm 0,005</math> %) и</p> <p>свинца (от 0,03% до 0,07 % абсолютная погрешность не более <math>\pm 0,005</math> %)</p>	<p>Стандартный образец состава меди ГСО 11336-2019 (массовая доля олова 0,0489 %, абсолютная погреш-ность <math>\pm 0,0021</math> %, массовая доля свинца 0,0495 %, абсолютная по-грешность <math>\pm 0,0026</math> %)*</p>

\* ПГ - границы относительной погрешности для  $P = 0,95$ .

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

5.3 Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть пове-рены, 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 «OK».

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 «Проверка».

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

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 «Проверка».

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  $^{65}\text{Cu}$  по формуле:

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

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

$I_{Cu}$  выходной сигнал для изотопа меди  $^{65}\text{Cu}$ , 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  $^{65}\text{Cu}$  (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  $^{27}\text{Al}$ ,  $^{120}\text{Sn}$  и  $^{208}\text{Pb}$  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 годным 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, °С	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	
$\bar{I}_n$	
$S$	
$S_{\text{отн.}}, \%$	
Требование, %	7
Заключение	

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

2. Определение чувствительности масс-спектрометра

Олово	
$I, \text{ имп}$	
$Q, \%$	0,0489
$B, \text{ имп}/\%$	
Требование	$10^6$
Заключение	

Свинец	
$I, \text{ имп}$	
$Q, \%$	0,0495
$B, \text{ имп}/\%$	
Требование	$10^6$
Заключение	

3. Определение разрешения

Параметр	Изотопы		
	$^{27}\text{Al}$	$^{120}\text{Sn}$	$^{208}\text{Pb}$
$R$			
Требование	1600	2500	3500
Заключение			

Результаты поверки: \_\_\_\_\_

(годен, забракован – указать причину непригодности)

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

Поверитель: \_\_\_\_\_

(Подпись, расшифровка подписи)