

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиал

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

2023 г.

**«ГСИ. Масс-спектрометры
с индуктивно связанной плазмой PlasmaMS 400.
Методика поверки»**

МП 07-241-2023

(с изменением №1)

Екатеринбург

2023

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лаборатории 241 Голынец О.С.

3 УТВЕРЖДЕНА зам. директора ФГУП «УНИИМ» в мае 2023 г.

4 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в мае 2023 г.

с изменением №1, согласованным УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в октябре 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений. Масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой PlasmaMS 400. Методика поверки (с изменением №1)	МП 07-241-2023
---	------------------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой PlasmaMS 400 (далее – масс-спектрометры) производства «NCS Testing Technology Co.,Ltd.», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка масс-спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость масс-спектрометра к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах ГЭТ 176 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761; а также к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 года № 3455.

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений массовой концентрации элементов в стандартных образцах.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки масс-спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон массовых чисел, а.е.м.	от 2 до 260
Разрешающая способность в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика, а.е.м., не более ¹⁾	0,5; 0,8; 0,95
Чувствительность при работе в стандартном режиме, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее - ⁷ Li - ⁵⁹ Co - ¹¹⁵ In - ²⁰⁹ Pb	20·10 ⁶ 50·10 ⁶ 200·10 ⁶ 100·10 ⁶
Уровень фонового сигнала на массе 5 а.е.м., имп/с, не более	4
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не более	2,5
¹⁾ Зависит от установки разрешения: Высокое разрешение 0,5 Нормальное разрешение 0,8 Низкое разрешение 0,95	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 года № 3455 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик: - диапазона массовых чисел; - разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика; - чувствительности при работе в стандартном режиме; - уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м.; - относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да да да да да	нет да да да да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, масс-спектрометр бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

Раздел 3 (Измененная редакция, изм. №1)

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке масс-спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с масс-спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов висмута (III) от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ($P=0,95$) ± 1 %.	Стандартный образец состава раствора ионов висмута (III) ГСО 7477-98
	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов лития от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ($P=0,95$) ± 1 %.	Стандартный образец состава раствора ионов лития ГСО 7780-2000
	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов кобальта от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ($P=0,95$) ± 1 %.	Стандартный образец состава растворов ионов кобальта (комплект № 8К) ГСО 8089-94
	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов индия от 0,95 до 1,06 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ($P=0,95$) $\pm 0,8$ %.	Стандартный образец состава раствора ионов индия ГСО 11123-2018

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида масс-спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений масс-спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре масс-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.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Масс-спектрометр и управляющий компьютер с установленным программным обеспечением средства измерений подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Запустить программное обеспечение средства измерений и убедиться, что инициализация, проверка связи с масс-спектрометром и внутренние проверки работоспособности прошли успешно, о чём свидетельствует отсутствие сообщений об ошибках при запуске.

9.3 В соответствии с РЭ выполнить включение плазменного источника и прогреть систему в течение не менее 10 минут.

9.4 Подготовить растворы для проведения поверки

Из стандартных образцов, указанных в таблице 3, приготовить контрольный раствор №3 на основе воды для лабораторного анализа, в соответствии с приложением А, содержащий контрольные элементы со следующими массовыми концентрациями:

Li – 1 мкг/дм³;

In – 1 мкг/дм³ или Со – 1 мкг/дм³ (на выбор);

Bi – 1 мкг/дм³.

9.5 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Подать на вход масс-спектрометра раствор, используемый в соответствии с РЭ для настройки работы прибора, или контрольный раствор №3 и в стандартном режиме при стандартных настройках провести измерение интенсивностей сигналов контрольных элементов, выполнив, при необходимости, стандартные процедуры по оптимизации работы спектрометра.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) масс-спектрометра. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при обращении к одноименному подпункту меню ПО («Help» («Помощь») – «About» («О программе...»). Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификаций
Идентификационное наименование ПО	iMass
Номер версии ПО, не ниже	2.2.1.9
Цифровой идентификатор ПО	–

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение диапазона массовых чисел

Определение диапазона массовых чисел провести с использованием контрольного раствора по 9.4. Подать на вход масс-спектрометра контрольный раствор и зарегистрировать обзорный масс-спектр.

11.2 Определение разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика

Определение разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика провести для изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$ (или ${}^{115}\text{In}$), ${}^{209}\text{Bi}$ с использованием контрольного раствора по 9.4. Определение проводится в автоматическом режиме для нормального разрешения масс-спектрометра при выполнении функции «Mass-calibration/масс-калибровка», и/или получения спектра для изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, (или ${}^{115}\text{In}$), ${}^{209}\text{Bi}$ в методе измерения при помощи ПО масс-спектрометра.

11.3 Определение чувствительности при работе в стандартном режиме

Определение чувствительности при работе в стандартном режиме провести для изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$ (или ${}^{115}\text{In}$), ${}^{209}\text{Bi}$ с использованием контрольного раствора по 9.4.

Подать на вход масс-спектрометра контрольный раствор в стандартном режиме, провести 5 раз измерения интенсивности сигналов изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$ (или ${}^{115}\text{In}$), ${}^{209}\text{Bi}$.

11.4 Определение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м.

Определение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. провести с использованием контрольного раствора по 9.4.

Подать на вход масс-спектрометра контрольный раствор и измерить пять раз интенсивность выходного сигнала на массе 5 а.е.м.

11.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала провести одновременно с проверкой чувствительности по 11.3.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Проверить наличие сигнала на шкале массовых чисел в начале середине и конце диапазона массовых чисел. Полученное значение диапазона массовых чисел должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 ПО автоматически производит расчет разрешающей способности. Масс-спектрометр принять прошедшим проверку, если полученные значения разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12.3 Для каждого результата измерений, полученного по 11.3, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала ($\bar{I}_j$, имп/с) и чувствительность (S_j , (имп/с)/(мг/дм³)) по формулам:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \frac{\bar{I}_j}{C_j}, \quad (2)$$

где I_{ij} – результат i -го измерения интенсивности выходного сигнала для j -го элемента, имп/с;

n – количество измерений;

C_j – массовая концентрация j -го элемента в контрольном растворе, мг/дм³.

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.4 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала ($\bar{I}_j$, имп/с) формуле 1.

Полученное значение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.5 Для каждого результата измерений выходного сигнала, полученного по 11.5, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала ($\bar{I}_j$, имп/с) по

формуле 1 и относительное среднее квадратическое отклонение ОСКО ($\sigma_{\text{отн}}$, %) выходного сигнала по формуле:

$$\sigma_{\text{отн}} = \frac{100}{\bar{I}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{I}_j - I_{ij})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где I_{ij} – результат i -го измерения интенсивности выходного сигнала для j -го элемента, имп/с;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки масс-спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование масс-спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки масс-спектрометр признают непригодными к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.6 По заявлению владельца масс-спектрометра или лица, представившего масс-спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению масс-спектрометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Гольнец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Методика приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольного раствора используют следующее оборудование:

- колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- дозаторы одноканальные или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91.

А.1 Приготовление промежуточного раствора №1 с массовой концентрацией ионов лития, кобальта, индия и висмута по 50000 мкг/дм³:

В чистую сухую мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, при помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 5 см³, переносят 5 см³ стандартного раствора лития с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм³ (действительное значение указано в паспорте), 5 см³ стандартного раствора кобальта с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм³ (действительное значение указано в паспорте), 5 см³ стандартного раствора индия с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм³ (действительное значение указано в паспорте), 5 см³ стандартного раствора висмута с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм³ (действительное значение указано в паспорте), добавляют 1 см³ концентрированной HNO₃, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

А.2 Приготовление контрольного раствора №2 с массовой концентрацией ионов лития, кобальта, индия и висмута по 500 мкг/дм³:

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 100 см³, при помощи пипетки переносят 1,00 см³ промежуточного раствора №1, приготовленного по пункту А.1, добавляют 1 см³ концентрированной HNO₃, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

А.3 Приготовление контрольного раствора №3 с массовой концентрацией ионов лития, кобальта, индия и висмута по 1 мкг/дм³:

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 100 см³, при помощи пипетки переносят 0,20 см³ промежуточного раствора приготовленного по пункту А.2, добавляют 1 см³ концентрированной HNO₃, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

Раствор рекомендуется использовать в день приготовления.

Примечание:

Аликвотную часть (объем) исходного СО, вычисляют по формуле:

$$V = \frac{A_i \cdot V_z}{A_1} \quad (\text{A.1})$$

где V – объем аликвот стандартного образца, дм^3 ;

A_1 – аттестованное значение массовой концентрации элемента в исходном СО (приведено в паспорте), мкг/дм^3 ;

A_i – значение концентрации, которое необходимо приготовить, мкг/дм^3 ;

V_z – заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего масс-спектрометра, дм^3 .