

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»
(ФГБУ «ВНИИМС»)

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»



А.Е. Коломин

М.п.

«29» октября 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой

EXPEC PlaAr MS

Методика поверки

МП 205-26-2024

Москва 2024 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAg MS (далее – масс-спектрометры), изготовленные фирмой "Hangzhou EXPEC Technology Co., Ltd.", Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается:

- к единице массовой концентрации (г/дм^3), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 196-2023 в соответствии с государственной поверочной схемой 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 Росстандарта от 07.08.2023 г. № 1569, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО;

- к единице массовой доли (%), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 176-2019 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке средства измерений	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Опробование средства измерений:	10	Да	Да
– определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика	10.1	Да	Да
– определение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м.	10.2	Да	Да
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	11	Да	Да
– определение чувствительности	11.1	Да	Да
– определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	11.2	Да	Да
6 Оформление результатов поверки	12	Да	Да

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Периодическую поверку по отдельным химическим элементам в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным Приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводят на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +10 до +30
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1.1	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 10 °C до 30 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 % до 85 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %.	Прибор комбинированный Testo 608-H1, рег. № 53505-13.
8.1.2, 10.1, 10.2, 11.1, 11.2	Контрольные растворы со значениями массовой концентрации элементов: Li – 0,01 мг/дм ³ Co – 0,01 мг/дм ³ In – 0,01 мг/дм ³ Ba – 0,01 мг/дм ³ . Bi – 0,01 мг/дм ³ .	Контрольные растворы, приготовленные из ГСО 7780-2000, ГСО 7768-96, ГСО 11123-2018, ГСО 7760-2000, ГСО 7477-98 по методике, приведенной в приложении А.
	Вспомогательные средства поверки: Колбы мерные 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74. Пипетки с одной отметкой 1–2–1 по ГОСТ 29169-91. Пипетки 1–1–2–5 по ГОСТ 29227-91.	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018. Азотная кислота, квалификации «ос.ч.» по ГОСТ 11125-84. Вода 1-й степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.	

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

5.3 Все средства измерений для поверки должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта с не истекшим сроком годности.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ масс-спектрометра.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого масс-спектрометра требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность масс-спектрометра.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Проверяют условия проведения поверки, измеряя температуру и влажность.

8.1.2 Готовят контрольные растворы, указанные в таблице 2, приготовленные в соответствии с приложением А. Допускается использовать многоэлементный контрольный раствор со значениями массовой концентрации элементов, указанных в таблице 2, приготовленный в соответствии с Приложением А. При проведении периодической поверки в сокращенном объеме готовят контрольные растворы выбранных элементов.

8.1.3 Перед проведением поверки масс-спектрометр готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Для определения идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) запускают ПО масс-спектрометра, открывают вкладку «Help» («Справка»/«Помощь»), в выпадающем списке выбирают «About» («О программе»). В открывшемся списке высвечивается наименование и номер версии ПО.

Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют разрешающую способность на уровне 10 % высоты пика и уровень фонового сигнала на массе 5 а.е.м.

10.1 Определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика.

Значение разрешающей способности проводят в автоматическом режиме и определяют на уровне 10 % высоты спектрального пика в стандартном режиме. Используют контрольные растворы, указанные в п. 8.1.2.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика не более значения, приведенного в таблице 3.

Таблица 3 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	EXPEC PlaAr MS	EXPEC PlaAr MS TQ
Разрешающая способность на уровне 10 % высоты пика, а.е.м., не более	0,8	
Чувствительность, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее		
- ⁷ Li	20·10 ⁶	
- ⁵⁹ Co	80·10 ⁶	
- ¹¹⁵ In	200·10 ⁶	
- ¹³⁸ Ba	90·10 ⁶	
- ²⁰⁹ Pb	100·10 ⁶	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %	2	
Уровень фонового сигнала, имп/с, на массе 5 а.е.м., не более	4	

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

Подают на вход масс-спектрометра контрольные растворы, указанные в 8.1.2, и не менее 10 раз измеряют интенсивность выходного сигнала на массе 5 а.е.м. Допускается использовать вместо контрольного раствора воду или раствор азотной кислоты.

Вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала.

Результаты операции поверки считают положительными, если полученные значения уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. не превышают значения, приведенного в таблице 3.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение чувствительности

Подают на вход масс-спектрометра контрольные растворы, указанные в 8.1.2, и проводят измерения интенсивности выходного сигнала каждого элемента не менее 10 раз.

Чувствительность по каждому элементу рассчитывают по формуле

$$S = \frac{\bar{X}}{C}, \quad (1)$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;

C – массовая концентрация элемента в контрольном растворе, мг/дм³.

Результаты операции поверки считают положительными, если полученные значения чувствительности для каждого элемента не менее значений, приведенных в таблице 3.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

По полученным в 11.1 данным измерений интенсивности выходного сигнала для каждого элемента рассчитывают относительное СКО выходного сигнала σ , %, применяя программное обеспечение масс-спектрометра или по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где \bar{X} - среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;

X_i - значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;

n - число измерений.

Результаты операции поверки масс-спектрометра считают положительными, если полученные значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значения, приведенного в таблице 3.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки масс-спектрометра заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.3 На масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляют извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (если оно оформляется).

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

Инженер 1 категории ФГБУ "ВНИИМС"



Д.Р. Гуммель

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 Стандартный образец состава раствора ионов лития (ГСО 7780-2000), с массовой концентрацией ионов лития от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1 \%$.

А.1.2 Стандартный образец состава раствора ионов индия (ГСО 11123-2018), с массовой концентрацией ионов индия от 0,95 до 1,06 г/дм³, допускаемое значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$ не более 0,8 %.

А.1.3 Стандартный образец состава раствора ионов кобальта (ГСО 7268-96), с массовой концентрацией ионов кобальта от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1 \%$.

А.1.4 Стандартный образец состава раствора ионов бария (ГСО 7760-2000), с массовой концентрацией ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1 \%$.

А.1.5 Стандартный образец состава раствора ионов висмута III (ГСО 7477-98), с массовой концентрацией ионов висмута (III) от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1 \%$.

А.1.6 Колбы мерные 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.7 Пипетки с одной отметкой 1–2–1 по ГОСТ 29169-91.

А.1.8 Пипетки 1–1–2–5 по ГОСТ 29227-91.

А.1.9 Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018.

А.1.10 Азотная кислота, квалификации «о.с.ч.» по ГОСТ 11125-84.

А.1.11 Вода 1-й степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

Примечание - Допускается использование других типов средств измерений, стандартных образцов и вспомогательного оборудования, посуды, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.2.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией ионов лития 1 мг/дм³.

В колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вносят 1 см³ ГСО состава раствора ионов лития, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.2 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией ионов кобальта 1 мг/дм³.

В колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вносят 1 см³ ГСО состава раствора ионов кобальта, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.3 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией ионов индия 1 мг/дм³.

В колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вносят 1 см³ ГСО состава раствора ионов индия, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.4 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией ионов бария 1 мг/дм³.

В колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вносят 1 см³ ГСО состава раствора ионов бария, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.5 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией ионов висмута 1 мг/дм³.

В колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вносят 1 см³ ГСО состава раствора ионов висмута, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.6 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов лития 0,01 мг/дм³.

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ промежуточного раствора ионов лития, 3 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.7 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов кобальта 0,01 мг/дм³.

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ промежуточного раствора ионов кобальта, 3 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.8 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов индия 0,01 мг/дм³.

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ промежуточного раствора ионов индия, 3 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.9 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов бария 0,01 мг/дм³.

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ промежуточного раствора ионов бария, 3 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.10 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов висмута 0,01 мг/дм³.

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ промежуточного раствора ионов висмута, 3 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки водой, тщательно перемешивают.

Примечание - Допускается приготовление контрольного раствора путем последовательного объемного разбавления исходных стандартных образцов растворов элементов водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

А.3 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ МНОГОЭЛЕМЕНТНОГО КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

А.3.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов лития 1 мг/дм³, ионов кобальта 1 мг/дм³, ионов индия 1 мг/дм³, ионов висмута 1 мг/дм³, ионов бария 1 мг/дм³ (раствор А).

В колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вносят по 1 см³ ГСО состава раствора ионов лития, ГСО состава раствора ионов индия, ГСО состава раствора ионов висмута, ГСО состава раствора ионов кобальта, ГСО состава раствора ионов бария, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

А.3.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов лития 0,01 мг/дм³, ионов кобальта 0,01 мг/дм³, ионов индия 0,01 мг/дм³, ионов висмута 0,01 мг/дм³, ионов бария 0,01 мг/дм³.

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ раствора А, 3 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Примечания

1 Допускается приготовление контрольного раствора путем последовательного объемного разбавления исходных стандартных образцов растворов элементов водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

2 Допускается приготовление контрольного раствора, содержащего часть указанных элементов.