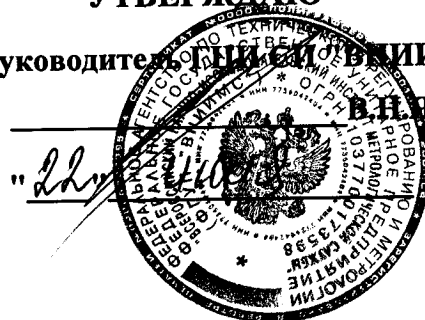


УТВЕРЖДАЮ

Руководитель "ГНИИСиФ ВНИИМС"

В.Н. Иншин

2010 г.



МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ

С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

THERMO SCIENTIFIC ELEMENT2, THERMO SCIENTIFIC ELEMENT XR

Методика поверки

Л.Р. 44805-10

Москва 2010

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры высокого разрешения с ионизацией в индуктивно связанной плазме Thermo Scientific Element2 и Thermo Scientific Element XR фирмы "Thermo Fisher Scientific (Bremen) GmbH", Германия и устанавливает методы и средства их поверки.

Масс-спектрометры подлежат первичной (после ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности	6.1	Да	Да
2	Проверка сопротивления изоляции	6.2	Нет	Да
3	Испытание изоляции на прочность	6.3	Нет	Да*
4	Проверка мощности экспозиционной дозы	6.4	Да	Да
5	Подготовка к поверке	6.5	Да	Да
6	Определение метрологических характеристик	6.6	Да**	Да**
7	Определение метрологических характеристик по НД на МВИ	-	Да***	Нет

*выполняется после ремонта, связанного с полной сборкой-разборкой прибора;

**при отсутствии НД по ГОСТ Р 8.563 на МВИ;

***при наличии НД по ГОСТ Р 8.563 на МВИ;

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
2. Стандартные образцы состава водных растворов ионов металлов: ГСО 7030-93 (Li), ГСО 8092-94 (K) ГСО 8032-94 (Fe), ГСО 6065-91 (Bi). In по ГОСТ 10297-94.
3. Тестовый раствор, который готовится непосредственно перед поверкой в чистой полипропиленовой посуде из дистиллированной воды и стандартных образцов состава водных растворов ионов металлов, путем добавления алиquot стандартных образцов в дистиллированную воду. Алиquotы рассчитываются таким образом, чтобы концентрация ионов каждого металла (Li, K, Fe, In, Bi) в тестовом растворе составляла 1 мкг/л.
4. Мегоомметр, номинальное напряжение 500 В, класс точности 1, типа М1101.
5. Установка для проверки электрической прочности изоляции, мощность 0,25 кВА, выходное напряжение 1500 В, частота 50 Гц, типа УПО-3000.

Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, стандартные образцы – паспорт и сертификат.

Допускается применение других средств поверки с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

При постоянном использовании прибора для измерений по конкретной МВИ, поверка по п.6 табл.1 не проводится. Пункт 6 заменяется п.7 и определение метрологических характеристик в соответствии с разделом “Контроль точности результатов измерений” МВИ, аттестованных по ГОСТ Р 8.563-96.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 18...25; |
| - атмосферное давление, кПа | 84...107; |
| - относительная влажность воздуха, % | 50...60; |
| - напряжение питания переменного тока, В | 215...230; |
| - частота переменного тока, Гц | 49...51. |

3.2. Перед проведением поверки масс-спектрометр следует прогреть горячей плазмой с включенным высоким напряжением в течение двух часов.

3.3. Установка и подготовка прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на масс-спектрометры с ионизацией в индуктивно связанной плазме.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с масс-спектрометрами с ионизацией в индуктивно связанной плазме;
- изучившие техническое описание, руководство по эксплуатации и методику поверки прибора.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации (на русском языке);
- соответствие комплектности прибора спецификации;
- отсутствие механических повреждений корпусов блоков;
- целостность показывающих приборов;
- правильность размещения прибора в помещении лаборатории (согласно руководства по эксплуатации).

6.2. Проверка сопротивления изоляции.

Проверка сопротивления изоляции первичных электрических цепей проводится с помощью мегомметра типа М1101 на 500 В, подключенного между контактом заземления и каждым контактом вилки. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть разомкнуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если его сопротивление изоляции не менее 10 МОм.

6.3. Испытание изоляции на электрическую прочность.

Испытание изоляции на электрическую прочность проводят с использованием установки типа УПО-3000. Между закороченными контактами сетевой вилки и контактом заземления прикладывают испытательное напряжение 1,5 кВ в течении 1 минуты. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть разомкнуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если не произошло электрического пробоя поверхностного перекрытия.

6.4. Подготовка к поверке.

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- Проверить отсутствие аварийной индикации;
- Запустить управляющую программу, зажечь плазму, включить высокое напряжение, подать в систему ввода контрольное вещество (таб. 2).
- Оставить прибор в таком режиме на 2 часа для стабилизации.

Таблица 2

Система ввода образца	Контрольное вещество	Массовая концентрация элементов в контрольном веществе, мкг/л
Стандартная	Тестовый раствор п. 2.3	1,0
Высокостабильная	Тестовый раствор п. 2.3	1,0

6.5. Опробование.

6.5.1. Убедиться в горении плазмы, отсутствии аварийной индикации и функционировании системы ввода образца.

6.6. Определение метрологических характеристик.

6.6.1. Определение разрешения.

6.6.1.1. Режим низкого разрешения

Подать контрольное вещество в систему ввода образца. Просканировать массовый диапазон 114...116 а.е.м. в режиме низкого разрешения не менее 10 раз. Вывести усредненный спектр на печать. Определить ширину пика ^{115}In на уровне 10% высоты. Разрешение рассчитывается по формуле 1:

$$R = M / \Delta M \quad (1)$$

где M – точная масса изотопа ^{115}In ,
 ΔM – ширина пика в массовых числах.

Получившееся разрешение R должно быть не менее 300.

6.6.1.2. Режим среднего разрешения

Подать контрольное вещество в систему ввода образца. Просканировать массовый диапазон 55,93...55,99 а.е.м. в режиме среднего разрешения не менее 10 раз. Вывести усредненный спектр на печать. Определить расстояние между центрами пиков изотопа ^{56}Fe и кластера $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$ - А. Определить ширину пика кластера $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$ на уровне 10% высоты - В. Разрешение рассчитывается по формуле 2:

$$R = 2505 * A / B \quad (2)$$

Получившееся разрешение R должно быть не менее 4000.

6.6.1.3. Режим высокого разрешения

Подать контрольное вещество в систему ввода образца. Просканировать массовый диапазон 38,965...38,985 а.е.м. в режиме высокого разрешения не менее 10 раз. Вывести усредненный спектр на печать. Определить расстояние между центрами пиков изотопа ^{39}K и кластера $^{38}\text{Ar}^1\text{H}$ - А. Определить ширину пика кластера $^{38}\text{Ar}^1\text{H}$ на уровне 10% высоты - В. Разрешение рассчитывается по формуле 3:

$$R = 5652 \cdot A/B \quad (3)$$

Получившееся разрешение R должно быть не менее 10000.

6.6.2. Определение чувствительности.

Подать контрольное вещество в систему ввода образца. Просканировать массовый диапазон 114...116 а.е.м. в режиме низкого разрешения не менее 10 раз. Вывести усредненный спектр на печать. Определить высоту пика ^{115}In в отчетах в секунду. Высота пика должна составлять не менее $1 \cdot 10^6$.

6.6.3. Определение СКО выходного сигнала

Подать контрольное вещество в систему ввода образца. Запустить автоматический режим измерений по заранее составленному алгоритму.

Для определения относительного СКО выходного сигнала за 10 минут, в программном обеспечении прибора – Method Editor - составляется алгоритм измерения интенсивности изотопов ^7Li , ^{115}In и ^{209}Bi в режиме низкого разрешения. Алгоритм должен состоять из 10 проходов. Время выборки и количество выборок на пик выбирается так, чтобы общая продолжительность алгоритма составила 10 минут. Программное обеспечение прибора автоматически рассчитает амплитуду и СКО сигнала по окончании измерений. Получившаяся СКО не должна превышать 1% по всем элементам.

Для определения относительного СКО выходного сигнала за 1 час, в программном обеспечении прибора – Method Editor - составляется алгоритм измерения интенсивности изотопов ^7Li , ^{115}In и ^{209}Bi в режиме низкого разрешения. Алгоритм должен состоять из 10 проходов. Время выборки и количество выборок на пик выбирается так, чтобы общая продолжительность алгоритма составила 1 час. Программное обеспечение прибора автоматически рассчитает амплитуду и СКО сигнала по окончании измерений. Получившаяся СКО не должна превышать 2% по всем элементам.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки масс-спектрометра составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие проверяемых характеристик предъявляемым требованиям.

7.2. Масс-спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей Методики поверки, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

7.3. На прибор, признанный непригодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.