

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



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К. В. Гоголинский

15 мая 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой

iCAP RQ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2118-2017

Зам. руководителя отдела государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика по поверке распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой iCAP RQ (далее по тексту – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
			первичная	периодическая
1	Внешний осмотр	6.1	да	да
2	Опробование	6.2	да	да
3	Проверка соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Стандартные образцы состава водных растворов ионов лития (ГСО 7780-2000), кобальта (ГСО 7784-2000), бария (ГСО 7760-2000), висмута (ГСО 8463-2003).
2. Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ.
3. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

- 3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров.
- 3.2. К проведению поверки допускаются лица, имеющие удостоверение поверителя.
- 3.3. Для получения данных с прибора допускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха: от +15 до +30°C;
- атмосферное давление: от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха: не более 80 %;
- напряжение питания: (220⁺²²-33) В с частотой (50 ± 1) Гц.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора;
- дождаться перехода прибора в режим готовности;
- прогреть прибор в течение 10-ти минут.

5.2. Из государственных стандартных образцов в соответствии с прилагаемой к ним инструкцией приготовить поверочный раствор со следующими массовыми концентрациями элементов:

Li- 10 мкг/дм³

Со- 10 мкг/дм³

Ва -10 мкг/дм³

Vi- 10 мкг/дм³

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса спектрометра.

6.2. Опробование.

Опробование проводится в автоматическом режиме. После включения прибора и запуска управляющей программы, в случае успешного прохождения операций самотестирования прибора, на экране компьютера должно появиться стартовое окно программы управления. В противном случае на экране появляется сообщение об ошибке.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1. При проверке проводится определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения. Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Справка» в результате чего откроется окно, в котором приведены название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

Рисунок 1. Окно с названием и номером версии ПО.

Результат поверки по п. 6.3, считается положительным, если версия ПО не ниже 2.7. Номер версии ПО может иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение чувствительности.

6.4.1.1. Измерение интенсивности сигналов изотопов элементов, входящих в поверочный раствор, проводится с помощью программного обеспечения спектрометра при условиях измерений, которые выставляются после проведения стандартной операции настройки спектрометра.

6.4.1.2. Используя поверочный раствор, указанный в п. 5.2, 5 раз подряд измерить интенсивность (скорость счета) сигналов изотопов, указанных в таблице 2.

6.4.1.3. Вычислить среднее значение интенсивности каждого сигнала (I) и умножить его на 10^2 (коэффициент пересчета интенсивности сигнала в размерность (имп/с)/(мг/дм³)).

Результаты определения чувствительности считаются положительными, если значения, полученные в п. 6.4.1.3, не менее значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2. Чувствительность.

Наименование элемента/изотопа	Чувствительность, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее
литий (⁷ Li)	50×10^6
кобальт (⁵⁹ Co)	100×10^6
висмут (²⁰⁹ Bi)	225×10^6

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.2.1. Используя ряд значений интенсивностей, полученных в п. 6.4.1.2 для каждого изотопа, вычислить¹ относительное СКО выходного сигнала по формуле:

$$S_r = \frac{100}{I} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I - I_k)^2}{n-1}}, \% \quad (1)$$

где: N – среднее арифметическое результатов n измерений интенсивности; N_k – k -е значение результата измерений; n – число измерений (5).

¹ С использованием программного обеспечения спектрометра или других вычислительных средств, например электронных таблиц EXCEL.

Результат определения относительного СКО выходного сигнала считается положительными, если ни одно из значений не превышает 1,5 %.

6.4.3. Определение относительной интенсивности сигнала оксидных ионов.

6.4.3.1. Используя поверочный раствор, указанный в п. 5.2, 5 раз подряд измерить интенсивность сигналов на массах 137 а.е.м. и 153 а.е.м., соответствующих ионам Ba^+ и BaO^+ .

6.4.3.2. По полученным данным вычислить среднее значение относительной интенсивности сигнала оксидных ионов по формуле:

$$C_o = I_{153}/I_{137} * 100, \% \quad (2)$$

где: I_{153} – средняя интенсивность сигнала на массе 153 а.е.м., полученная в ходе измерения по п. 6.4.3.1; I_{137} – средняя интенсивность сигнала на массе 137 а.е.м., полученная в ходе измерения по п. 6.4.3.1.

Результат считается положительным, если значение параметра C_o не превышает 1,0%.

6.4.4. Определение относительной интенсивности сигнала двухзарядных ионов.

6.4.4.1. Используя поверочный раствор, указанный в п. 5.2, 5 раз подряд измерить интенсивность сигналов на массах 68,5 а.е.м. и 137 а.е.м., соответствующих ионам Ba^{2+} и Ba^+ .

6.4.4.2. По полученным данным вычислить значение относительной интенсивности сигнала двухзарядных ионов по формуле:

$$C_d = I_{68,5}/I_{137} * 100, \% \quad (3)$$

где $I_{68,5}$ – средняя интенсивность сигнала на массе 68,5 а.е.м., полученная в ходе измерения по п. 6.4.4.1; I_{137} – средняя интенсивность сигнала на массе 137 а.е.м., полученная в ходе измерения по п. 6.4.4.1.

Результат считается положительным, если значение параметра C_d не превышает 3,5%.

6.4.5. Определение фонового сигнала.

6.4.5.1. Используя поверочный раствор, указанный в п. 5.2, 5 раз подряд измерить интенсивность сигнала на массе 220,5 а.е.м.

Результат считается положительным, если значение сигнала не превышает 1 имп/с.

6.4.6. Определение спектрального разрешения.

6.4.6.1. Используя поверочный раствор, указанный в п. 5.2, с помощью автоматической функции проверки характеристик измерить разрешение для спектральных пиков изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{209}\text{Bi}$.

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.4.6.1, если значение разрешения не превышает 0,85 а.е.м.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.