

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



М.п.

2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой
моделей 7800 ICP-MS и 8900 ICP-MS Triple Quad

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2202-2018

Заместитель руководитель отдела Госэталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной моделью 7800 ICP-MS и 8900 ICP-MS Triple Quad (далее по тексту – масс-спектрометров) 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

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Обязательность проведения операций поверки | |
|--|-----------------------|--|---------------|
| | | первичная | периодическая |
| Внешний осмотр, проверка комплектности | 6.1 | да | да |
| Опробование | 6.2 | да | да |
| Проверка соответствия программного обеспечения | 6.3 | да | да |
| 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

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2- Средства поверки

| Номер пункта методики поверки | Наименование основных и вспомогательных средств поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики |
|-------------------------------|--|
| 6.3 | Основные средства поверки: стандартные образцы растворов ионов металлов утвержденного типа: ГСО 10229-2013 (Литий), ГСО 7877-2000 (Свинец) ГСО 7145-95/7147-95 (Стронций). Вспомогательные средства поверки: меры вместимости: пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, колбы наливные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74. вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 по ГОСТ Р 52501-2005. |
| 4.1 | Термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные) |

2.2. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик масс-спектрометров с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и 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 +35 °С
- относительная влажность воздуха: не более 80 %;

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора;
- дождаться перехода прибора в режим готовности;
- модель 8900 ICP-MS Triple Quad перевести в режим MS (масс-спектрометр);

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

Литий (Li) - 1,0 мкг/дм³
Стронций (Sr) - 1,0 мкг/дм³
Свинец (Pb) - 1,0 мкг/дм³

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса масс-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. Определение номера версии встроенного программного обеспечения.

6.3.1.1. Для определения номера версии встроенного программного обеспечения выполнить следующие действия:

- зайти в пункт меню Hardware;
- нажать мышкой на изображение основного блока ICP-MS-спектрометра (Mainframe);
- на выпадающем меню выбрать пункт – Properties.

На появившемся экране номер версии встроенного программного обеспечения указан в строке FW version. Копия экрана приведена на рисунке 1.

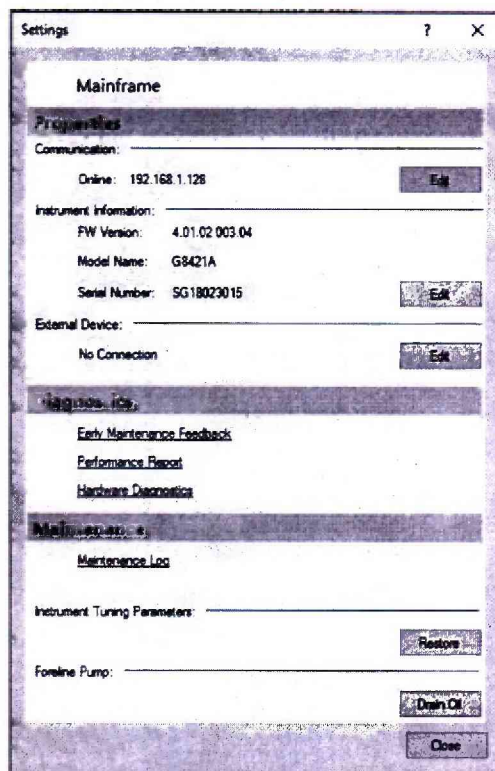


Рисунок 1- Окно с номером версии встроенного программного обеспечения

6.3.2. Определение номера версии автономного программного обеспечения.

Окно с номером версии ПО временно выводится на экран при старте программы. Копия экрана с окном загрузки приведена на рисунке 2. В процессе работы программы данное окно можно вывести на дисплей с команд **Help⇒About**.

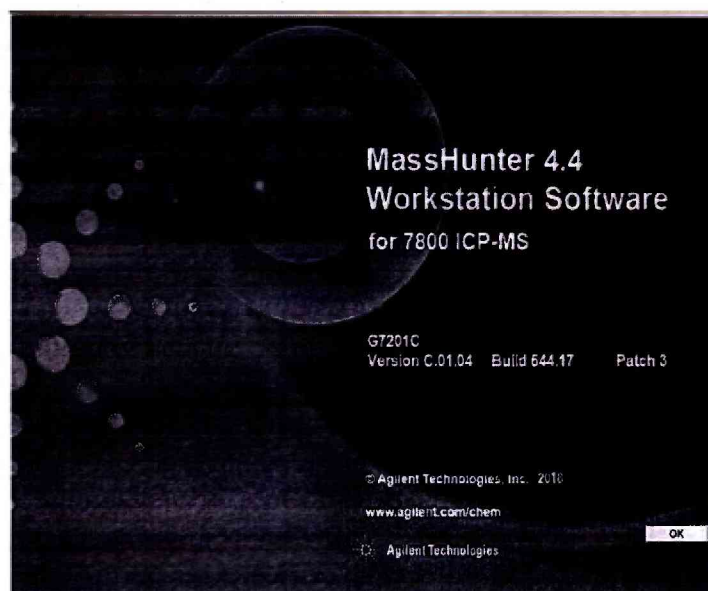


Рисунок 2 - Окно с номером версии автономного ПО

Масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3.1, если версия встроенного ПО не ниже 4.01, а версия автономного ПО не ниже C.01.04. Номера версий ПО могут иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение чувствительности

6.4.1.1. Измерение интенсивности проводится с помощью программного обеспечения спектрометра в режиме «Online» при условиях измерений, которые выставляются после проведения стандартной операции настройки спектрометра «AutoTune» и оптимизации некоторых параметров, например увеличения потока распыляющего газа до получения необходимых значений чувствительности.

6.4.1.2. Используя поверочный раствор измерить интенсивность (скорость счета) сигналов изотопов, указанных в таблице 3 настоящей методики поверки.

6.4.1.3. Операцию по п. 6.4.1.2 повторить.

6.4.1.4. Вычислить среднее значение интенсивности (скорости счета, cps) каждого сигнала (I) и умножить его на 10^3 (коэффициент пересчета интенсивности сигнала в размерность имп/с/(мг/дм³)).

6.4.1.5. Результаты определения чувствительности считаются положительными, если значения, полученные в п.6.4.1.4 не менее значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 - Чувствительность (без подачи газа-реактанта), (имп/с)/(мг/дм³), не менее

| Наименование элемента | Наименование модели | |
|-----------------------|---------------------|-------------------|
| | 7800 ICP-MS | 8900 Triple Quad |
| литий (Li) | 60×10^6 | 150×10^6 |
| стронций (Sr) | 140×10^6 | 450×10^6 |
| свинец (Pb) | 200×10^6 | 300×10^6 |

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала

6.4.2.1. Используя поверочный раствор измерить интенсивность (скорость счета) сигналов изотопов, указанных в таблице 3.

6.4.2.2. Операцию по п.6.4.2.1 повторить 10 раз подряд.

6.4.2.3. Используя полученный ряд значений интенсивности 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.

6.4.2.4. Результат определения относительного СКО выходного сигнала считаются положительными, если значение не более:

- 2,0 % для модели 7800 ICP MS;
- 3,0 % для модели 8900 Triple Quad.

¹ применяя программное обеспечение масс-спектрометра или другие вычислительные средства (например электронные таблицы EXCEL).

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Масс-спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным 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. Масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель масс-спектрометра (под названием прибора) и (или) на свидетельство о поверке.

Методика приготовления поверочных растворов.

А.1. Приготовление поверочного раствора

А.1.2. Приготовление промежуточного многоэлементного раствора:

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вводят по 1 см³ растворов ГСО² лития, стронция и свинца, доводят до метки водой и перемешивают.

1 дм³ раствора содержит по 1 мг лития, стронция и висмута

А.1.3. Приготовление поверочного раствора:

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вводят 1,0 см³ промежуточного многоэлементного раствора, 10 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1,0 дм³ раствора содержит по 10 мкг лития, стронция и свинца.

² При массовой концентрации элемента в ГСО равной 1 г/дм³.