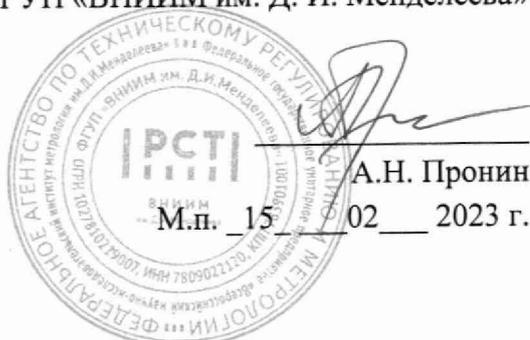


Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

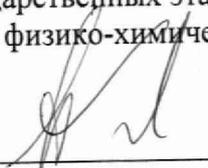


Государственная система обеспечения единства измерений

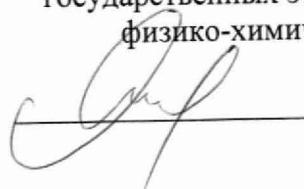
Масс-спектрометры времяпролетные Люмас ИТР-301

Методика поверки
МП-242-2524-2023

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений


_____ А.В. Колобова

Старший научный сотрудник отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений


_____ М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры времяпролетные Люмас ИТР-301 (далее по тексту - масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого масс-спектрометра к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на масс-спектрометре методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов.

ГЭТ 208-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямое измерение поверяемым средством величины, функционально связанной с величиной, воспроизводимой стандартным образцом.

П р и м е ч а н и я

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8
Проверка соответствия программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик: - определение разрешения масс-спектрометра - определение чувствительности масс-спектрометра - определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала	Да	Да	10.1
	Да	Да	10.2
	Да	Да	10.3
Подтверждение соответствия масс-спектрометров метрологическим требованиям	Да	Да	11
Оформление результатов поверки	Да	Да	12

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 17 до 28 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации масс-спектрометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки по таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<p>Раздел 3</p> <p>Требования к условиям проведения поверки</p>	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 17 до 28 °С, абсолютная погрешность не более $\pm 0,6$ °С.</p> <p>Средства измерения относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 до 80 %, абсолютная погрешность не более $\pm 5,0$ %</p> <p>Средства измерения атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106 кПа, абсолютная погрешность не более $\pm 0,5$ кПа</p>	<p>Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79, (регистрационный номер в ФИФ № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 106 кПа; абсолютная погрешность $\pm 0,2$ кПа.</p> <p>Прибор комбинированный Testo-908-N1 (регистрационный номер в ФИФ № 53505-13), диапазон измерений температуры от 0 до +50 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,5$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 15 до 85 %, абсолютная погрешность $\pm 3\%$.</p>
<p>Раздел 10</p> <p>Определение метрологических характеристик масс-спектрометров</p>	<p>Стандартный образец утвержденного типа состава меди с аттестованными значениями массовой доли олова от 0,03 до 0,07 % (абсолютная погрешность не более $\pm 0,005$ %) и свинца (от 0,03% до 0,07 % абсолютная погрешность не более $\pm 0,005$ %)</p>	<p>Стандартный образец состава меди ГСО 11336-2019 (массовая доля олова 0,0489 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0021$ %, массовая доля свинца 0,0495 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0026$ %)*</p>
<p>* ПГ - границы относительной погрешности для $P = 0,95$.</p>		

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

5.3 Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть поверены, а стандартные образцы иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки масс-спектрометров следует соблюдать:

- требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 № 903н в редакции, актуальной на момент проведения поверки;
- требования Правил промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением, Утвержденных приказом Ростехнадзора от 15.12.2020 № 536 в редакции, актуальной на момент проведения поверки;
- требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации масс-спектрометров.

7 Внешний осмотр

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие масс-спектрометров следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Масс-спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации масс-спектрометров и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований безопасности согласно разделу 6.

8.1.2 Подготавливают к работе средства поверки, перечисленные в разделе 5.

8.1.3 В держатель образца масс-спектрометра устанавливают стандартный образец состава меди (ГСО 11336-2019) в виде цилиндра диаметром 10 мм и высотой 2 мм.

8.1.4 Подготавливают масс-спектрометр к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации. Подготавливают к приему данных компьютер и программное обеспечение.

8.2 Опробование

Проверяют работоспособность масс-спектрометра путем запуска процедуры сбора данных. Результаты опробования считают положительными, если осуществлена запись данных и отсутствуют сообщения об ошибках.

9 Проверка соответствия программного обеспечения

9.1 Запускают ПО «Lumas» стандартными средствами операционной системы, в главном меню выбирают элемент Помощь/О программе. При этом появится окно с информацией о метрологически значимой части ПО. Для закрытия окна нажимают кнопку «ОК».

9.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии ПО соответствует идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений» или выше.

10 Определение метрологических характеристик

10.1 Определение разрешения масс-спектрометра

10.1.1 В программном обеспечении «Lumas» задают число регистрируемых спектров $5 \cdot 10^5$, а остальные параметры загружают из файла «Поверка».

10.1.2 Идентифицируют в зарегистрированном масс-спектре компоненты, соответствующие изотопам ^{27}Al , ^{120}Sn и ^{208}Pb .

10.1.3 Используя программное обеспечение «Lumas», находят разрешение (R) по формуле

$$R = \frac{m_0}{m_2 - m_1}. \quad (1)$$

где m_0 – значения массы, соответствующее максимуму высоты пика соответствующего изотопа, а.е.м.;

m_1 и m_2 – значения массы, соответствующие половине высоты пика соответствующего изотопа слева и справа от максимума, а.е.м.

10.2 Определение чувствительности масс-спектрометра

10.2.1 Используя масс-спектр, зарегистрированный по 10.1.1, при помощи программного обеспечения к масс-спектрометру находят выходные сигналы контрольных элементов (олова и свинца), представляющие собой сумму высот пиков изотопов олова ($m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$) и сумму высот пиков изотопов свинца ($m/z = 206, 207, 208$) соответственно.

10.2.2 Рассчитывают чувствительность масс-спектрометра при регистрации пиков изотопов олова ($m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$) и свинца ($m/z = 206, 207, 208$), B , (имп)/(%) по формуле:

$$B = \frac{I}{Q}, \quad (2)$$

где I – выходной сигнал масс-спектрометра (сумма высот пиков изотопов соответствующего контрольного элемента (олово - $m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$, свинец - $m/z = 206, 207, 208$), имп;

Q – массовая доля соответствующего элемента по паспорту стандартного образца, %.

10.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала

10.3.1 Регистрируют масс-спектр стандартного образца состава меди, подготовленного по 8.1.3. В программном обеспечении задают число регистрируемых масс-спектров $1 \cdot 10^5$, а остальные параметры загружают из файла «Поверка».

Примечание - Если определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала масс-спектрометра проводят сразу же после определения разрешения (см. 10.1) и чувствительности (см. 10.2), то извлечение и повторная установка образца не требуется.

10.3.2 Используя программное обеспечение к масс-спектрометру, для каждого измерения находят выходные сигналы контрольных элементов, представляющие собой сумму высот пиков изотопов олова ($m/z = 116, 117, 118, 119, 120, 122, 124$) и сумму высот пиков изотопов свинца ($m/z = 206, 207, 208$), и нормируют их на выходной сигнал (высоту пика) для изотопа меди ^{65}Cu по формуле:

$$I_{n,i} = \frac{I_i}{\bar{I}_{\text{Cu}}}, \quad (3)$$

где I_i - результат i -ого измерения выходного сигнала контрольного элемента (олова или свинца), имп;

\bar{I}_{Cu} - выходной сигнал для изотопа меди ^{65}Cu , имп.

10.3.3 Для каждого элемента вычисляют среднее арифметическое полученных значений выходного сигнала (\bar{I}_n) по формуле:

$$\bar{I}_n = \frac{\sum_{i=1}^k I_{n,i}}{k}, \quad (4)$$

где $I_{n,i}$ - результат i -ого измерения выходного сигнала для соответствующего элемента, нормированный на выходной сигнал для изотопа меди ^{65}Cu (см. 10.3.2), имп.;

k - число измерений образца.

10.3.4 Вычисляют среднеквадратическое отклонение выходного сигнала по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (I_{n,i} - \bar{I}_n)^2}{k - 1}}, \quad (5)$$

10.3.5 Вычисляют относительное значение среднеквадратического отклонения выходного сигнала по формуле:

$$S_{\text{отн}} = \frac{S}{\bar{I}_n} \times 100, \quad (6)$$

11 Подтверждение соответствия масс-спектрометров метрологическим требованиям

Соответствие поверяемого масс-спектрометра установленным метрологическим требованиям, приведенным в описании типа средств измерений, считают удовлетворительными, если выполняются следующие требования:

- разрешение для изотопов ^{27}Al , ^{120}Sn и ^{208}Pb не менее 1600, 2500 и 3500 соответственно;
- чувствительность масс-спектрометра контрольных элементов контрольных элементов - олова и свинца составляет не менее $1 \cdot 10^6$ имп/‰.
- относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала масс-спектрометра для контрольных элементов - олова и свинца не превышает 7 %.

Несоответствие масс-спектрометра хотя бы одному из перечисленных требований означает его несоответствие установленным метрологическим требованиям.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты, полученные при поверке, оформляют в форме протокола в соответствии с требованиями организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

12.2 Сведения о результатах поверки масс-спектрометров в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений передаются организацией, проводящей поверку, в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.3 Масс-спектрометр, прошедший поверку с положительным результатом, признается годными и допускается к применению. По заявлению владельца масс-спектрометра или лица, представившего масс-спектрометр на поверку, на него выдается свидетельство о поверке средства измерений или в формуляр вносится запись о проведенной поверке с указанием даты поверки, заверяемая подписью поверителя и клеймом.

12.4 При отрицательных результатах поверки масс-спектрометр к применению не допускается, по заявлению владельца или лица, представившего его на поверку, на него в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации выдается извещение о непригодности с указанием причины.

12.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (в случае его оформления).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

от _____
(дата поверки)

Наименование СИ	
Зав. №	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	От 17 до 28	
Относительная влажность воздуха, %	Не более 75	
Атмосферное давление, кПа	От 84 до 106,7	

Средства поверки

(Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/ аттестации)

Внешний осмотр средства измерений _____
(Результаты внешнего осмотра средства измерений)

Опробование средства измерений _____
(Результаты опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений _____

(Результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик (обозначения приведены в 10.1 - 10.3)

1. Определение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала масс-спектрометра

Олово	
№	$I_{n,i}$
1	
2	
3	
4	
5	
6	
\bar{I}_n	
S	
$S_{отн}, \%$	
Требование, %	7
Заключение	

Свинец	
№	$I_{n,i}$
1	
2	
3	
4	
5	
6	
\bar{I}_n	
S , имп	
$S_{отн}, \%$	
Требование, %	7
Заключение	

2. Определение чувствительности масс-спектрометра

Олово	
I , имп	
Q , %	0,0489
B , имп/%	
Требование	10^6
Заключение	

Свинец	
I , имп	
Q , %	0,0495
B , имп/%	
Требование	10^6
Заключение	

3. Определение разрешения

Параметр	Изотопы		
	^{27}Al	^{120}Sn	^{208}Pb
R			
Требование	1600	2500	3500
Заключение			

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____

(Подпись, расшифровка подписи)