

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

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИМС»



Ф.В. Булыгин

«29» июня 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC
TECHNOLOGY SUPES 7000**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 205-14-2023

г. Москва
2023 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC TECHNOLOGY SUPEC 7000 (далее – масс-спектрометр), изготовленный фирмой «Hangzhou Puyu Technology Development Co., Ltd.», КНР, и устанавливает методы и средства его первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массовой доли (%) в соответствии с поверочной схемой «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах», утвержденной Приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019.

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

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	да	да
2 Подготовка к поверке средства измерений	8	да	да ¹⁾
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	да ¹⁾
4 Опробование средства измерений:	10		
- определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика	10.1	да	да ¹⁾
- определение чувствительности	10.2	да	да ¹⁾
- определение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м.	10.3	да	да ¹⁾
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	11	да	да ¹⁾
- определение относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала	11.1	да	да ¹⁾
- определение показателей точности результатов измерений	11.2	нет	да ²⁾
6 Оформление результатов поверки	12	да	да

Примечания:

¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

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

2.3 Проведение поверки в сокращенном объеме 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, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
- 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.

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
3.1	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа.	Барометр-анероид БАММ-1, рег. № 5738-76. Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1, рег. № 53505-13.
8.1.1; 10.1; 10.2; 10.3; 10.4; 11.1	Контрольный раствор с массовой концентрацией ионов лития $0,01 \text{ мг/дм}^3$, ионов кобальта $0,01 \text{ мг/дм}^3$, ионов бария $0,01 \text{ мг/дм}^3$, ионов висмута $0,01 \text{ мг/дм}^3$.	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 7780-2000 ГСО 8089-94 ГСО 7760-2000 ГСО 7477-98 по методике, приведенной в приложении А.

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Вспомогательные средства поверки: Колбы мерные 2–10–2, 2–100–2 по ГОСТ 1770-74. Пипетки с одной отметкой 1–2–1 по ГОСТ 29169-91. Пипетки 1–1–2-5 по ГОСТ 29227-91. Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018. Азотная кислота, квалификации «о.ч.» по ГОСТ 11125-84.	

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

5.3 Все средства измерений, применяемые 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.

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 технической 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 Готовят контрольный раствор из государственных стандартных образцов лития (ГСО 7780-2000), кобальта (ГСО 8089-94), бария (ГСО 1160-2000), висмута (ГСО 7477-98) в соответствии с приложением А со следующими массовыми концентрациями элементов:

Li – 0,01 мг/дм³

Co – 0,01 мг/дм³

Ba – 0,01 мг/дм³

Bi – 0,01 мг/дм³

8.1.2 Включают плазму и прогревают масс-спектрометр в течение 10 мин, после чего проводят настройку масс-спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Запускают ПО масс-спектрометра, название ПО высвечивается в открывающемся окне. Открывают вкладку System/About (Система/О нас). В открывающемся окне отображается наименование ПО и номер версии.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Element V
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.3
Цифровой идентификатор ПО	-

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

10.1 Определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика

Значение разрешающей способности определяют на уровне 10 % высоты спектрального пика в стандартном режиме для изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{138}\text{Ba}$, ${}^{209}\text{Bi}$. Определение проводят в автоматическом режиме при выполнении функции “Mass-calibration report (Отчет о масс-калибровке)”, запускаемой с помощью ПО масс-спектрометра. Значения разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика выводятся на экран.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика не превышают значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Разрешающая способность на уровне 10 % высоты пика, а.е.м., не более	0,95
Чувствительность, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее	
- ${}^7\text{Li}$	$10 \cdot 10^6$
- ${}^{59}\text{Co}$	$30 \cdot 10^6$
- ${}^{138}\text{Ba}$	$80 \cdot 10^6$
- ${}^{209}\text{Bi}$	$80 \cdot 10^6$
Уровень фонового сигнала, имп/с, на массе 5 а.е.м., не более	5
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не более	2,5

10.2 Определение чувствительности

Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор и 5 раз измеряют интенсивность сигналов изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{138}\text{Ba}$, ${}^{209}\text{Bi}$.

Чувствительность по каждому изотопу рассчитывают по формуле

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

где X – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;

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

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения чувствительности для каждого изотопа не менее значений, приведенных в таблице 4.

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

Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор и 5 раз измеряют интенсивность сигнала на массе 5 а.е.м. Вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности сигнала.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. не превышают значения, приведенного в таблице 4.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала

Относительное СКО выходного сигнала σ , %, рассчитывают, используя результаты измерений интенсивности выходного сигнала каждого изотопа в соответствии с 10.2, применяя программное обеспечение масс-спектрометра, или по формуле

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

где X – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;

X_i – значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;

n – число измерений.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала для каждого изотопа не превышают значения, приведенного в таблице 4.

11.2 Определение показателей точности результатов измерений

При проведении периодической поверки масс-спектрометра, эксплуатируемого по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

12.2 Результаты поверки передаются 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 оформляется 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.

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

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



О.Л. Рутенберг

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 7780-2000 стандартный образец состава раствора ионов лития, 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 ГСО 8089-94 стандартные образцы состава водных растворов ионов кобальта (комплект № 8К), с массовой концентрацией ионов кобальта от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1 \%$.

А.1.3 ГСО 7760-2000 стандартный образец состава раствора ионов бария, 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.1.4 ГСО 7477-98 стандартный образец состава раствора ионов висмута (III), 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.1.5 Колбы мерные 2-10-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.6 Пипетки с одной отметкой 1-2-1 по ГОСТ 29169-91.

А.1.7 Пипетки 1-1-2-5 по ГОСТ 29227-91.

А.1.8 Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018.

А.1.9 Азотная кислота, квалификации «о.ч.» по ГОСТ 11125-84.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов лития 100 мг/дм³, ионов кобальта 100 мг/дм³, ионов бария 100 мг/дм³, ионов висмута 100 мг/дм³ (раствор А)

В колбу вместимостью 10 см³ пипеткой вносят по 1 см³ ГСО состава раствора ионов лития, ГСО состава раствора ионов кобальта, ГСО состава раствора ионов бария, ГСО состава раствора ионов висмута, 1 см³ азотной кислоты и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

А.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов лития 1 мг/дм³, ионов кобальта 1 мг/дм³, ионов бария 1 мг/дм³, ионов висмута 1 мг/дм³ (раствор Б)

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.

А.2.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов лития 0,01 мг/дм³, ионов кобальта 0,01 мг/дм³, ионов бария 0,01 мг/дм³, ионов висмута 0,01 мг/дм³

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

Погрешность приготовления контрольного раствора $\pm 3 \%$.

Контрольный раствор используют свежеприготовленным.