

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –  
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ  
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА»  
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»)**

**СОГЛАСОВАНО**

**Директор УНИИМ – филиал**

**ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»**



*[Signature]* \_\_\_\_\_ **Е.П. Собина**

*мая* \_\_\_\_\_ **2023 г.**

**«ГСИ. Масс-спектрометры  
с индуктивно связанной плазмой PlasmaMS 400.  
Методика поверки»**

**МП 07-241-2023**

**Екатеринбург**

**2023**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

**1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

**2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаборатории 241 Голынец О.С.

**3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в мае 2023 г.

<b>Государственная система обеспечения единства измерений.</b> <b>Масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой PlasmaMS 400.</b> <b>Методика поверки</b>	<b>МП 07-241-2023</b>
--	-----------------------

## **1 Общие положения**

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой PlasmaMS 400 (далее – масс-спектрометры) производства «NCS Testing Technology Co.,Ltd.», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка масс-спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость масс-спектрометра к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах ГЭТ 176 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761; а также к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 года № 3455.

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений массовой концентрации элементов в стандартных образцах.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки масс-спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон массовых чисел, а.е.м.	от 2 до 260
Разрешающая способность в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика, а.е.м., не более <sup>1)</sup>	0,5; 0,8; 0,95
Чувствительность при работе в стандартном режиме, (имп/с)/(мг/дм <sup>3</sup> ), не менее - <sup>7</sup> Li - <sup>59</sup> Co - <sup>115</sup> In - <sup>209</sup> Pb	20·10 <sup>6</sup> 50·10 <sup>6</sup> 200·10 <sup>6</sup> 100·10 <sup>6</sup>
Уровень фоновых сигнала на массе 5 а.е.м., имп/с, не более	4
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не более	2,5
<sup>1)</sup> Зависит от установки разрешения: Высокое разрешение 0,5 Нормальное разрешение 0,8 Низкое разрешение 0,95	

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 года № 3455 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

### 3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик: - диапазона массовых чисел; - разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика; - чувствительности при работе в стандартном режиме; - уровня фоновых сигнала на массе 5 а.е.м.; - относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да да да да да	да да да да да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, масс-спектрометр бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

### 4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 85

### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке масс-спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с масс-спектрометром.

## 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры $\pm 2$ °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов висмута (III) от 0,95 до 1,05 мг/см <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности (P=0,95) $\pm 1$ %.	Стандартный образец состава раствора ионов висмута (III) ГСО 7477-98
	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов лития от 0,95 до 1,05 мг/см <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности (P=0,95) $\pm 1$ %.	Стандартный образец состава раствора ионов лития ГСО 7780-2000
	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов кобальта от 0,95 до 1,05 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности (P=0,95) $\pm 1$ %.	Стандартный образец состава растворов ионов кобальта (комплект № 8К) ГСО 8089-94
	Интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов индия от 0,95 до 1,06 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности (P=0,95) $\pm 0,8$ %.	Стандартный образец состава раствора ионов индия ГСО 11123-2018

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

## 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

## **8 Внешний осмотр средства измерений**

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида масс-спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений масс-спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре масс-спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

## **9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

9.1 Масс-спектрометр и управляющий компьютер с установленным программным обеспечением средства измерений подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Запустить программное обеспечение средства измерений и убедиться, что инициализация, проверка связи с масс-спектрометром и внутренние проверки работоспособности прошли успешно, о чём свидетельствует отсутствие сообщений об ошибках при запуске.

9.3 В соответствии с РЭ выполнить включение плазменного источника и прогреть систему в течение не менее 10 минут.

9.4 Подготовить растворы для проведения поверки

Из стандартных образцов, указанных в таблице 3, приготовить контрольный раствор №3 на основе воды для лабораторного анализа, в соответствии с приложением А, содержащий контрольные элементы со следующими массовыми концентрациями:

Li – 1 мкг/дм<sup>3</sup>;

In – 1 мкг/дм<sup>3</sup> или Со – 1 мкг/дм<sup>3</sup> (на выбор);

Bi – 1 мкг/дм<sup>3</sup>.

9.5 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Подать на вход масс-спектрометра раствор, используемый в соответствии с РЭ для настройки работы прибора, или контрольный раствор №3 и в стандартном режиме при стандартных настройках провести измерение интенсивностей сигналов контрольных элементов, выполнив, при необходимости, стандартные процедуры по оптимизации работы спектрометра.

## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) масс-спектрометра. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при обращении к одноименному подпункту меню ПО («Help» («Помощь») – «About» («О программе...»)). Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификаций
Идентификационное наименование ПО	iMass
Номер версии ПО, не ниже	2.2.1.9
Цифровой идентификатор ПО	–

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

### 11.1 Определение диапазона массовых чисел

Определение диапазона массовых чисел провести с использованием контрольного раствора по 9.2. Подать на вход масс-спектрометра контрольный раствор и зарегистрировать обзорный масс-спектр.

11.2 Определение разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика

Определение разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика провести для изотопов  ${}^7\text{Li}$ ,  ${}^{59}\text{Co}$  (или  ${}^{115}\text{In}$ ),  ${}^{209}\text{Bi}$  с использованием контрольного раствора по 9.2. Определение проводится в автоматическом режиме для нормального разрешения масс-спектрометра при выполнении функции «Mass-calibration/масс-калибровка», и/или получения спектра для изотопов  ${}^7\text{Li}$ ,  ${}^{59}\text{Co}$ , (или  ${}^{115}\text{In}$ ),  ${}^{209}\text{Bi}$  в методе измерения при помощи ПО масс-спектрометра.

### 11.3 Определение чувствительности при работе в стандартном режиме

Определение чувствительности при работе в стандартном режиме провести для изотопов  ${}^7\text{Li}$ ,  ${}^{59}\text{Co}$  (или  ${}^{115}\text{In}$ ),  ${}^{209}\text{Bi}$  с использованием контрольного раствора по 9.2.

Подать на вход масс-спектрометра контрольный раствор в стандартном режиме, провести 5 раз измерения интенсивности сигналов изотопов  ${}^7\text{Li}$ ,  ${}^{59}\text{Co}$  (или  ${}^{115}\text{In}$ ),  ${}^{209}\text{Bi}$ .

### 11.4 Определение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м.

Определение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. провести с использованием контрольного раствора по 9.2.

Подать на вход масс-спектрометра контрольный раствор и измерить пять раз интенсивность выходного сигнала на массе 5 а.е.м.



11.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала провести одновременно с проверкой чувствительности по 11.3.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Проверить наличие сигнала на шкале массовых чисел в начале середине и конце диапазона массовых чисел. Полученное значение диапазона массовых чисел должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 ПО автоматически производит расчет разрешающей способности. Масс-спектрометр принять прошедшим проверку, если полученные значения разрешающей способности в стандартном режиме на уровне 10 % высоты пика удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12.3 Для каждого результата измерений, полученного по 11.3, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала ( $\bar{I}_j$ , имп/с) и чувствительность ( $S_j$ , (имп/с)/(мг/дм<sup>3</sup>)) по формулам:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \frac{\bar{I}_j}{C_j}, \quad (2)$$

где  $I_{ij}$  – результат  $i$ -го измерения интенсивности выходного сигнала для  $j$ -го элемента, имп/с;

$n$  – количество измерений;

$C_j$  – массовая концентрация  $j$ -го элемента в контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.4 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала ( $\bar{I}_j$ , имп/с) формуле 1.

Полученное значение уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.5 Для каждого результата измерений выходного сигнала, полученного по 11.5, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала ( $\bar{I}_j$ , имп/с) по

формуле 1 и относительное среднее квадратическое отклонение ОСКО ( $\sigma_{\text{юмн}}$ , %) выходного сигнала по формуле:

$$\sigma_{\text{юмн}} = \frac{100}{\bar{I}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{I}_j - I_{ij})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где  $I_{ij}$  – результат  $i$ -го измерения интенсивности выходного сигнала для  $j$ -го элемента, имп/с;

$n$  – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки масс-спектрометр признают пригодным к применению.

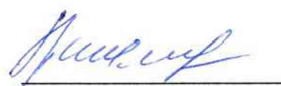
13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование масс-спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки масс-спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.6 По заявлению владельца масс-спектрометра или лица, представившего масс-спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению масс-спектрометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Гольнец

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

### Методика приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольного раствора используют следующее оборудование:

- колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- дозаторы одноканальные или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91.

А.1 Приготовление промежуточного раствора №1 с массовой концентрацией ионов лития, кобальта, индия и висмута по 50000 мкг/дм<sup>3</sup>:

В чистую сухую мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup>, при помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 5 см<sup>3</sup>, переносят 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора лития с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм<sup>3</sup> (действительное значение указано в паспорте), 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора кобальта с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм<sup>3</sup> (действительное значение указано в паспорте), 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора индия с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм<sup>3</sup> (действительное значение указано в паспорте), 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора висмута с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм<sup>3</sup> (действительное значение указано в паспорте), добавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной HNO<sub>3</sub>, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

А.2 Приготовление контрольного раствора №2 с массовой концентрацией ионов лития, кобальта, индия и висмута по 500 мкг/дм<sup>3</sup>:

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, при помощи пипетки переносят 1,00 см<sup>3</sup> промежуточного раствора №1, приготовленного по пункту А.1, добавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной HNO<sub>3</sub>, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

А.3 Приготовление контрольного раствора №3 с массовой концентрацией ионов лития, кобальта, индия и висмута по 1 мкг/дм<sup>3</sup>:

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, при помощи пипетки переносят 0,20 см<sup>3</sup> промежуточного раствора приготовленного по пункту А.2, добавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной HNO<sub>3</sub>, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

Раствор рекомендуется использовать в день приготовления.

Примечание:

Аликвотную часть (объем) исходного СО, вычисляют по формуле:

$$V = \frac{A_i \cdot V_z}{A_1} \quad (\text{A.1})$$

где  $V$  – объем аликвот стандартного образца,  $\text{дм}^3$ ;

$A_1$  – аттестованное значение массовой концентрации элемента в исходном СО (приведено в паспорте),  $\text{мкг/дм}^3$ ;

$A_i$  – значение концентрации, которое необходимо приготовить,  $\text{мкг/дм}^3$ ;

$V_z$  – заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего масс-спектрометра,  $\text{дм}^3$ .