

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 – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

10 2023 г.



«ГСИ. Масс-спектрометры  
с индуктивно-связанной плазмой PlasmaMS 300. Методика  
поверки»

МП 31-251-2023

Екатеринбург  
2023 г.

## 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 ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки средства измерений .....	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки .....	7
8	Внешний осмотр средства измерений .....	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений .....	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений .....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
13	Оформление результатов поверки .....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10

Государственная система обеспечения единства измерений. Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой PlasmaMS 300. Методика поверки.	МП 31-251-2023
--	----------------

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой PlasmaMS 300 (далее – масс-спектрометры), выпускаемые фирмой «Shenzhen ION Engineering Technologies LTD.», Китай. Масс-спектрометры подлежат первичной и периодической поверке. Поверка масс-спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость масс-спектрометров обеспечивается к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 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	Значения
Диапазон анализируемых масс, а.е.м.	от 2 до 260 включ.
Разрешающая способность на уровне 10 % высоты пика, а.е.м., не более	0,8
Чувствительность (имп/с)/(мкг/дм <sup>3</sup> ), не менее:	
- Be (Be-9)	5 000
- Co (Co-59)	50 000
- Cd (Cd-114)	35 000
- Bi (Bi-209)	120 000
Пределы обнаружения, нг/дм <sup>3</sup> , не более:	
- Be (Be-9)	5,0
- Co (Co-59)	1,0
- Cd (Cd-114)	1,0
- Bi (Bi-209)	1,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	3
Уровень фоновых сигнала на массе 220 а.е.м., имп/с, не более	4

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

- ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования;

- ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия;
- ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия;

### 3 Перечень операций поверки средства измерений

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 средства измерений	да	да	11
Определение диапазона анализируемых масс	да	нет	11.1
Определение уровня фонового сигнала на массе 220 а.е.м.	да	да	11.2
Определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика	да	да	11.3
Определение чувствительности	да	да	11.4
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.5
Определение предела обнаружения	да	да	11.6
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка масс-спектрометра прекращается, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

3.3 На основании письменного заявления владельца масс-спектрометра или лица, представившего масс-спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку только по отдельным химическим элементам, которые не являются матричными при постоянных измерениях на конкретном масс-спектрометре. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до + 25
- относительная влажность, %, не более 80

### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке масс-спектрометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на масс-спектрометр и настоящую методику поверки.

## 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Контрольные растворы, приготовленные в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки; Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	
Приложение А	Стандартный образец состава раствора бериллия, интервал допускаемых значений от 0,095 до 0,105 мг/см <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности не более ±1 % при P=0,95; Стандартный образец состава раствора кобальта, интервал допускаемых значений от 0,095 до 0,105 мг/см <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности не более ±1 % при P=0,95; Стандартный образец состава раствора ионов кадмия, интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов кадмия от 0,95 до 1,05 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более ±1 % при P=0,95; Стандартный образец состава раствора ионов висмута, интервал аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности не более ±1 % при P=0,95; Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005; Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84; Колбы мерные вместимостью 100,0 см <sup>3</sup> не хуже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74; Пипетки градуированные вместимостью 1 см <sup>3</sup> не хуже 2 класса по ГОСТ 29227-91	ГСО 7759-2000; ГСО 11856-2021  ГСО 7784-2000; ГСО 10950-2017; ГСО 7787-2000  ГСО 7874-2000; ГСО 7773-2000; ГСО 11255-2018  ГСО 8463-2003
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы и средства измерений утвержденных типов, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, а также п. 1.2 настоящей методики поверки.</i>		

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

6.3 При выборе средств поверки в части стандартных образцов (далее – СО) рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

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

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, требования безопасности, изложенные в РЭ на масс-спектрометры.

## **8 Внешний осмотр средства измерений**

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида масс-спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений масс-спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность масс-спектрометра.

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

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки масс-спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ (п. 7.5 «Настройки перед поверкой прибора»), проверяют работоспособность органов управления и регулировки масс-спектрометра.

9.3 При включении масс-спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 Согласно приложения А к настоящей методике поверки готовят контрольный раствор, представляющий собой смесь стандартных образцов по п. 6.1.

## **10 Проверка программного обеспечения средства измерений**

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) масс-спектрометра: в строке команд выбирают пункт «Справка» («Help»); в открывшемся меню выбрать пункт «о ПО» («About») – откроется окно, содержащее номер версии ПО и идентификационное наименование ПО. Наименование и номер версии ПО масс-спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО масс-спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	iMass
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.2.1.10
Цифровой идентификатор ПО	-

## **11 Определение метрологических характеристик средства измерений**

11.1 Определение диапазона анализируемых масс

11.1.1 Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор по 9.4 настоящей методики поверки. Проводят регистрацию обзорного масс-спектра.

11.2 Определение уровня фонового сигнала на массе 220 а.е.м.

11.2.1 Подают на вход масс-спектрометра воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005. Проводят измерения интенсивности сигнала на массе 220 а.е.м., а также на массах 9, 59, 114, 209 не менее 10 раз (время сбора сигнала – 3 с на массу). Результаты измерений интенсивности сигнала на заданных массах фиксируют в протоколе произвольной формы.

11.3 Определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика

11.3.1 Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор. Значение разрешающей способности проводят в автоматическом режиме при помощи ПО масс-спектрометра, регистрируя результат измерений на экране персонального компьютера.

11.4 Определение чувствительности

11.4.1 Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор. Проводят измерения интенсивности сигнала для однозарядных ионов изотопов Be-9, Co-59, Cd-114 и Bi-209 не менее 5 раз. Результаты измерений интенсивности сигнала фиксируют в протоколе произвольной формы.

11.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.5.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала проводится по результатам измерений интенсивности сигнала однозарядных ионов Be-9, Co-59, Cd-114 и Bi-209 в контрольном растворе по п. 11.4.1 настоящей методики поверки.

11.6 Определение предела обнаружения

11.6.1 Определение предела обнаружения проводится по результатам измерений интенсивности сигнала однозарядных ионов Be-9, Co-59, Cd-114 и Bi-209 в контрольном растворе по п. 11.4.1 настоящей методики поверки.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Результат измерений по п. 11.1.1 считают удовлетворительным, если на обзорном масс-спектре присутствуют аналитические линии вблизи границ диапазона анализируемых масс от 2 до 260 а.е.м.

12.2 По результатам измерений по п. 11.2.1 рассчитывают среднее арифметическое значение уровня фонового сигнала для  $j$ -ой массы  $\bar{I}_{oj}$ , имп/с, по формуле

$$\bar{I}_{oj} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{oij}}{n}, \quad (1)$$

где  $I_{oij}$  –  $i$ -результат измерения интенсивности сигнала для  $j$ -ой массы (9, 59, 114, 209, 220 а.е.м.) в воде для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005, имп/с;

$n$  – число измерений интенсивности сигнала.

Полученное значение уровня фонового сигнала на массе 220 а.е.м. должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 Разрешающая способность на уровне 10 % высоты пика для однозарядных ионов Be-9, Co-59, Cd-114 и Bi-209 не должна превышать значений, указанных в таблице 1.

12.4 По результатам измерений по п. 11.4.1 настоящей методики поверки рассчитывают чувствительность масс-спектрометра к  $j$ -му элементу  $S_j$ , (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>), по формуле

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

где  $\bar{I}_j$  – среднее арифметическое результатов измерений интенсивности сигнала  $j$ -го элемента в контрольном растворе, имп/с:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (3)$$

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

$n$  – число измерений интенсивности сигнала в контрольном растворе;



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

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.5 По результатам измерений по п. 11.5.1 настоящей методики поверки рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала  $j$ -го элемента  $\sigma_{rj}$ , %, в ПО масс-спектрометра или по формуле

$$\sigma_{rj} = \frac{100}{\bar{I}_j} \cdot \sigma_j, \quad (4)$$

где

$$\sigma_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n - 1}}, \quad (5)$$

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

12.6 По данным п. 12.2 и п. 12.4 настоящей методики поверки рассчитывают значения предела обнаружения для  $j$ -го элемента  $l_{qj}$ , нг/дм<sup>3</sup> по формуле

$$l_{qj} = \frac{3000 \cdot \sigma_{oj}}{S_j}, \quad (6)$$

где  $\sigma_{oj}$  – среднее квадратического отклонение выходного сигнала  $j$ -го элемента в воде для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005, имп/с:

$$\sigma_{oj} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{oij} - \bar{I}_{oj})^2}{n - 1}}. \quad (7)$$

$S_j$  – чувствительность масс-спектрометра к  $j$ -му элементу, (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>).

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

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

13.3 Нанесение знака поверки на масс-спектрометр не предусмотрено. Пломбирование масс-спектрометра не предусмотрено.

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

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке установленной формы или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

А.С. Засухин

## ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

### Процедура приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольного раствора используют следующее оборудование:

- колбы мерные вместимостью 100,0 см<sup>3</sup> 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 с притертой пробкой;
- пипетки градуированные вместимостью 1 см<sup>3</sup> не хуже 2 класса по ГОСТ 29227-91;
- вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005;
- кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84;
- стандартные образцы по п. 6.1 настоящей методики поверки.

А.1 Исходный раствор готовят из стандартных образцов утвержденного типа: ГСО 7759-2000 или ГСО 11856-2021 (бериллий), ГСО 10950-2017, ГСО 7784-2000 или ГСО 7787-2000 (кобальт), ГСО 8463-2003 (висмут), ГСО 7874-2000, ГСО 7773-2000 или ГСО 11255-2018 (кадмий) посредством отбора аликвот 0,1 см<sup>3</sup> растворов ионов кобальта, кадмия и висмута с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup> и отбора аликвоты в 1 см<sup>3</sup> раствора ионов бериллия с концентрацией 0,1 г/дм<sup>3</sup> в колбу 100 см<sup>3</sup>. В случае использования аналогичных стандартных образцов с массовой концентрацией отличной от 1 г/дм<sup>3</sup> или 0,1 г/дм<sup>3</sup>, коэффициент разбавления рассчитывают исходя из действительных концентраций элементов в этих стандартных образцах.

А.2 Объем в колбе доводят 1 % азотной кислотой (заранее приготовленной из воды для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005 и кислоты азотной особой чистоты по ГОСТ 11125-84) до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая ее не менее 10 раз. Полученный раствор имеет номинальную концентрацию ионов бериллия, кобальта, кадмия и висмута 1 мг/дм<sup>3</sup>.

А.3 Контрольный раствор готовят путем отбора аликвоты 0,1 см<sup>3</sup> исходного раствора в колбу 100 см<sup>3</sup>. Объем в колбе доводят 1 % азотной кислотой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая ее не менее 10 раз. Полученный раствор имеет номинальную концентрацию ионов бериллия, кобальта, кадмия и висмута 1 мкг/дм<sup>3</sup>.

А.4 Действительное значение массовой концентрации ионов металлов в приготовленных растворах может быть рассчитано по формулам:

$$C_1 = \frac{V_{al0}}{V_k} \cdot C_0, \quad (A.1)$$

$$C_2 = \frac{V_{al1}}{V_k} \cdot C_1, \quad (A.2)$$

где  $C_1, C_2$  – массовые концентрации элементов исходного и контрольного растворов соответственно, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  – массовая концентрация элемента в стандартном образце, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{al0}, V_{al1}$  – объемы аликвот стандартного образца и исходного раствора соответственно, см<sup>3</sup>;

$V_k$  – объем колбы, см<sup>3</sup>.

Границы относительной погрешности приготовления исходного раствора не превышают 2,5 %, контрольного раствора – 5 %.