

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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. Соби́на

20 05 2024 г.



«ГСИ. Масс-спектрометры
с индуктивно-связанной плазмой Angelia ICP-MS SQ 9000.
Методика поверки»

МП 14-251-2024

г. Екатеринбург
2024 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 2024 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	5
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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
12	Оформление результатов поверки	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой Angelia ICP-MS SQ 9000 (далее – масс-спектрометры), выпускаемые Обществом с ограниченной ответственностью «Ангелия Сайентифик», Россия, г. Москва на производственной площадке Hansel (Beijing) Instrument Co., 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	Значение
Диапазон анализируемых масс, а.е.м.	от 2 до 290 включ.
Чувствительность*, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее:	
- Li (⁷ Li)	2,0 · 10 ⁷
- Co (⁵⁹ Co)	4,5 · 10 ⁷
- Cd (¹¹⁴ Cd)	2,0 · 10 ⁷
- Bi (²⁰⁹ Bi)	1,2 · 10 ⁸
Предел обнаружения*, нг/дм ³ , не более:	
- Li (⁷ Li)	3,0
- Co (⁵⁹ Co)	4,0
- Cd (¹¹⁴ Cd)	4,0
- Bi (²⁰⁹ Bi)	15,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	2
Уровень фонового сигнала на массе 220 а.е.м., имп/с, не более	5
* В стандартном режиме	

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;
- ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. 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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
Проверка диапазона анализируемых масс	да	нет	11.1
Определение уровня фоновых сигнала на массе 220 а.е.м.	да	да	11.2
Определение чувствительности	да	да	11.3
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.4
Определение пределов обнаружения	да	нет	11.5

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка масс-спектрометра прекращается, и выполняются операции по п. 12 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 16 до + 28
- относительная влажность, % от 30 до 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 средства поверки 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	Контрольный раствор, приготовленный в соответствии с Приложением А; 1 % азотная кислота, приготовленная в соответствии с Приложением А	
Приложение А	Стандартный образец (далее – СО) состава раствора ионов лития, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов лития от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более ± 1 % при P=0,95; СО состава раствора кобальта, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов кобальта от 0,095 до 0,105 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более ±1 % при P=0,95; СО состава раствора ионов кадмия, интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов кадмия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более ±1 % при P=0,95; СО состава раствора ионов висмута, интервал допускаемых значений массовой концентрации ионов висмута от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более ±1 % при P=0,95	ГСО 7780-2000 ГСО 7784-2000; ГСО 10950-2017; ГСО 7787-2000 ГСО 7874-2000; ГСО 7773-2000; ГСО 11255-2018 ГСО 8463-2003
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005; Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84 или кислота азотная нормы х.ч. по ГОСТ 4461-77, очищенная методом некипящей дистилляции; Колбы мерные вместимостью 1000,0 и 100,0 см ³ не хуже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74; Пипетки градуированные вместимостью 1 см ³ не хуже 2 класса по ГОСТ 29227-91; Цилиндр мерный вместимостью 25 см ³ не хуже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74.	
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i></p>		

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.6.1 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки масс-спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки масс-спектрометра, при включении масс-спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках. Проводят оптимизацию настроек («Tune») масс-спектрометра непосредственно перед началом поверки.

9.3 Задают следующие основные инструментальные параметры работы масс-спектрометра:

Расход аргона «Cool Flow», л/мин	14,0
Расход аргона «Auxiliary Flow», л/ мин	1,2
Температура распылительной камеры, °С	4
Скорость перистальтического насоса, об./мин	30
Мощность плазмы, Вт	1550
Ячейка для устранения наложений	выкл.

Остальные инструментальные параметры (в том числе положение горелки, напряжение на линзах ионной оптики, параметры работы детектора и т.д.) – стандартные, заданные в ходе пуско-наладочных работ или оптимизированные в ходе настройки масс-спектрометра.

9.5 Согласно приложения А к настоящей методике поверки готовят 1 % азотную кислоту и контрольный раствор, представляющий собой многоэлементный раствор (Li, Co, Cd, Bi) с массовой концентрацией каждого элемента 1 мкг/дм³.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) масс-спектрометра. Во время запуска ПО на экране компьютера появляется загрузочное окно, в котором указаны идентификационное наименование и номер версии 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	MARCUSpro
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	v.3.X.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	-

* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значение от 0 до 9

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Проверка диапазона анализируемых масс

11.1.1 Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор.

11.1.2 В модуле ПО для настройки и проверки масс-спектрометра («iCommand») во вкладке «iQuad» задают следующие массы: 2, 7, 59, 114, 209, 290. Кнопкой «Run» запускают мониторинг сигнала в режиме реального времени. Сигнал отображается на вкладке «Data Display».

11.1.3 Считают, что диапазон анализируемых масс масс-спектрометра соответствует данным таблицы 1, если вблизи заданных масс на обзорном масс-спектре в режиме реального времени присутствуют сигналы.

11.1.4 После завершения измерения на вход масс-спектрометра подают 1 % азотную кислоту и промывают не менее 1 минуты.

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

11.2.1 Создают новый метод анализа («TraceMethod») из пустого стандартного шаблона типа «RAW». На вкладке «Analytes» выбирают раздел «Elements» и добавляют следующие изотопы: ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{114}\text{Cd}$ и ${}^{209}\text{Bi}$. Затем в разделе «Molecules» выбирают строку «Bkg», после чего отмечают массу 220 а.е.м. («Bkg220»). На вкладке «Acquisition Parameters» устанавливают время накопления сигнала («Dwell Time») – 1,0 с, остальные параметры оставляют по умолчанию. На вкладке «Sample List» задают 2 образца в последовательности измерений, указывают названия образцов, количество повторных измерений («Main Runs») для каждого образца – 10. Сохраняют метод и добавляют его в очередь для анализа (кнопка «Save + Schedule Trace Method»).

11.2.2 Подают на вход масс-спектрометра 1 % азотную кислоту. Запускают очередь анализа кнопкой «Run».

11.2.3 Проводят измерения интенсивности сигнала для образца 1 из последовательности измерений. Результаты измерения интенсивности сигнала фиксируют в протоколе произвольной формы.

11.2.4 По результатам измерений по п.11.2.3 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 (7, 59, 114, 209, 220 а.е.м.) в 1 % азотной кислоте, имп/с;

n – число измерений интенсивности сигнала.

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

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор.

11.3.2 Проводят измерения интенсивности сигнала для образца 2 из заданной в п. 11.2.1 последовательности измерений. Результаты измерений интенсивности сигнала для изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{114}\text{Cd}$ и ${}^{209}\text{Bi}$ фиксируют в протоколе произвольной формы.

11.3.3 По результатам измерений по п. 11.3.2 рассчитывают чувствительность масс-спектрометра к изотопам ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{114}\text{Cd}$ и ${}^{209}\text{Bi}$ S_j , (имп/с)/(мг/дм³), по формуле

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

где C_j – массовая концентрация j -го элемента в контрольном растворе, мг/дм³;
 \bar{I}_j – среднее арифметическое измерений интенсивности сигнала j -го изотопа в контрольном растворе, имп/с:

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

где I_{ij} – i -результат измерения (повторения) интенсивности сигнала j -го изотопа в контрольном растворе, имп/с;

n – число измерений интенсивности сигнала (повторений) в контрольном растворе.

11.3.4 Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.4. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.4.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала проводится по результатам измерений интенсивности сигнала изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{114}\text{Cd}$ и ${}^{209}\text{Bi}$ в контрольном растворе по п. 11.3.

11.4.2 По результатам измерений по п. 11.3.3 рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала j -го изотопа σ_{rj} , %, в ПО масс-спектрометра или по формуле

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

где

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

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

11.5 Определение предела обнаружения

11.5.1 Определение предела обнаружения элементов проводится по результатам измерений по п. 11.2 и п. 11.3 настоящей методики поверки.

11.5.2 По данным п. 11.2.4 и п. 11.3.3 рассчитывают значения предела обнаружения для j -го изотопа l_{qj} , нг/дм³ по формуле

$$l_{qj} = \frac{3 \cdot 10^6 \cdot \sigma_{oj}}{S_j}, \quad (6)$$

где σ_{oj} – среднее квадратическое отклонение выходного сигнала j -го изотопа в 1 % азотной кислоте, 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 изотопу, (имп/с)/(мг/дм³).

11.5.3 Допускается проводить расчет пределов обнаружения средствами ПО масс-спектрометров, предварительно построив градуировочные зависимости для изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{114}\text{Cd}$ и ${}^{209}\text{Bi}$ при помощи 1 % азотной кислоты и контрольного раствора с последующим измерением массовой концентрации элементов в 1 % азотной кислоте.

Создают новый метод анализа («TraceMethod») из пустого шаблона типа «EQ». На вкладке «Analytes» выбирают раздел «Elements» и добавляют следующие изотопы: ${}^7\text{Li}$, ${}^{59}\text{Co}$, ${}^{114}\text{Cd}$ и ${}^{209}\text{Bi}$.

На вкладке «Acquisition Parameters» устанавливают время накопления сигнала («Dwell Time») – 1,0 с, остальные параметры оставляют по умолчанию.

На вкладке «Standards» добавляют 1 стандарт, выбрав пункт «Create standard using analyte list». Для выбранных изотопов устанавливают концентрацию 1 мкг/дм³ (1 ppb).

На вкладке «Sample List» в последовательности измерений задают 1 образец типа «BLK», 1 образец типа «STD» и 1 образец типа «UNKNOWN», указывают названия образцов, количество повторных измерений («Main Runs») для каждого образца – 10.

Сохраняют метод и добавляют его в очередь для анализа (кнопка «Save + Schedule Trace Method»).

Проводят измерения, последовательно подавая 1 % азотную кислоту (образец типа «BLK»), контрольный раствор (образец типа «STD») и 1 % азотную кислоту (образец типа «UNKNOWN»). Среднее квадратическое отклонение массовой концентрации выбранных элементов рассчитывается автоматически. Если значение среднего квадратического отклонения массовой концентрации элемента отображается равным нулю, то в свойствах таблицы результатов измерений необходимо увеличить количество знаков после запятой.

Расчет предела обнаружения для j -го изотопа l_{qj} , нг/дм³, проводят по формуле

$$l_{qj} = 3 \cdot 1000 \cdot SD_{oj}, \quad (8)$$

где SD_{oj} – среднее квадратическое отклонение массовой концентрации j -го элемента в 1 % азотной кислоте, рассчитанное при помощи ПО масс-спектрометра, мкг/дм³.

11.5.4 Полученные значения пределов обнаружения по п. 11.5.2 или п. 11.5.3 должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

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

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

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

12.5 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, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

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

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 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 с притертой пробкой;
- цилиндр мерный вместимостью 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные вместимостью 1 см³ 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 или кислота азотная нормы х.ч. по ГОСТ 4461-77, очищенная методом некипящей дистилляции;
- стандартные образцы по п. 6.1 настоящей методики поверки.

А.1 1 % азотную кислоту готовят из воды для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005 и кислоты азотной особой чистоты по ГОСТ 11125-84 или кислоты азотной нормы х.ч. по ГОСТ 4461-77, очищенной методом некипящей дистилляции. Для этого в мерную колбу вместимостью 1000,0 см³ по ГОСТ 1770-74 поместить примерно 500 см³ воды для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, внести 11 см³ кислоты азотной особой чистоты по ГОСТ 11125-84, взятой при помощи цилиндра мерного по ГОСТ 1770-74, тщательно перемешать раствор. После охлаждения колбы довести уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, снова тщательно перемешать раствор.

А.2 Исходный раствор готовят из стандартных образцов утвержденного типа: ГСО 7780-2000 (литий); ГСО 7784-2000 (кобальт); ГСО 7874-2000 (кадмий); ГСО 8463-2003 (висмут) – посредством отбора аликвот 1 см³ СО растворов ионов лития, кобальта, кадмия и висмута с массовой концентрацией 1 г/дм³ в колбу 100 см³.

А.3 Объем в колбе доводят 1 % азотной кислотой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая ее не менее 10 раз. Полученный исходный раствор имеет номинальную концентрацию ионов лития, кобальта, кадмия и висмута 10 мг/дм³.

А.4 Промежуточный раствор готовят путем отбора аликвоты 1 см³ исходного раствора в колбу 100 см³. Объем в колбе доводят 1 % азотной кислотой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая ее не менее 10 раз. Полученный промежуточный раствор имеет номинальную концентрацию ионов лития, кобальта, кадмия и висмута 0,1 мг/дм³ (100 мкг/дм³).

А.5 Контрольный раствор готовят путем отбора аликвоты 1 см³ промежуточного раствора в колбу 100 см³. Объем в колбе доводят 1 % азотной кислотой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая ее не менее 10 раз. Полученный контрольный раствор имеет номинальную концентрацию ионов лития, кобальта, кадмия и висмута 0,001 мг/дм³ (1 мкг/дм³).

А.6 Действительное значение массовой концентрации ионов металлов в приготовленных растворах рассчитывается по формулам:

$$C_1 = \frac{V_{a10}}{V_k} \cdot C_0, \quad (A.1)$$

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

$$C_3 = \frac{V_{al2}}{V_k} \cdot C_2, \quad (A.3)$$

где C_1, C_2, C_3 – массовые концентрации элементов в исходном, промежуточном и контрольном растворах соответственно, мг/дм³;

C_0 – массовая концентрация элемента в стандартном образце, мг/дм³;

$V_{al0}, V_{al1}, V_{al2}$ – объемы аликвот стандартного образца, исходного и промежуточного растворов соответственно, см³;

V_k – объем колбы, см³.

A.7 Границы относительной погрешности исходного раствора не превышают 2,5 %, промежуточного и контрольного растворов – 5 %.