

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

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИМС»



Ф.В. Булыгин
М.п.
«16» августа 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой fQuad X1

Методика поверки

МП 205-19-2024

Москва 2024 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой fQuad XI (далее – масс-спектрометры), изготовленный фирмой "Shaanxi Far-Citech Instrument & Equipment Co., Ltd.", Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается:

- к единице массовой концентрации (г/дм³), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 196-2023 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, утвержденной Приказом Росстандарта от 07.08.2023 г. № 1569, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО;

- к единице массовой доли (%), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 176-2019 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО.

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

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1 - Операции поверки

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

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный ре-

зультат, 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, требований 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 60 |

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.

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений (под контролем поверителя).

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
8.1.1	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 10 °С до 30 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 % до 70 % 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.	Прибор комбинированный Testo 608-H1, рег. № 53505-13. Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76.
8.1.2, 10.1, 10.2, 10.3, 11.1	Контрольный раствор со значениями массовой концентрации элементов: Li – 0,001 мг/дм ³ In – 0,001 мг/дм ³ Bi – 0,001 мг/дм ³	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 7780-2000, ГСО 11123-2018, ГСО 7477-98 по методике, приведенной в приложении А.
	Вспомогательные средства поверки:	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств 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 при поверке, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, с не истекшим сроком годности и соответствовать требованиям методики поверки.

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 эксплуатационной 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 Проверяют условия проведения поверки, измеряя температуру, давление и влажность.

8.1.2 Готовят контрольный раствор с указанными ниже значениями массовой концентрации элементов:

$$Li - 0,001 \text{ мг/дм}^3$$

$$In - 0,001 \text{ мг/дм}^3$$

$$Bi - 0,001 \text{ мг/дм}^3.$$

Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении А.

8.1.3 Перед проведением поверки масс-спектрометр готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Открывают вкладку About в ПО. В открывающемся окне отображается наименование ПО и номер версии.

Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

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 ${}^7\text{Li}$, ${}^{115}\text{In}$, ${}^{209}\text{Bi}$. Определение проводят в автоматическом режиме.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика не более значения, приведенного в таблице 3.

Таблица 3 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Разрешающая способность на уровне 10 % высоты пика, а.е.м., не более	0,8
Чувствительность, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее	
- ${}^7\text{Li}$	$20 \cdot 10^6$
- ${}^{115}\text{In}$	$100 \cdot 10^6$
- ${}^{209}\text{Bi}$	$120 \cdot 10^6$
Уровень фонового сигнала, имп/с, на массе 5 а.е.м., не более	1
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала, %	3

10.2 Определение чувствительности

Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор и 10 раз измеряют интенсивность сигналов изотопов ${}^7\text{Li}$, ${}^{115}\text{In}$, ${}^{209}\text{Bi}$.

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 операции поверки считают положительными, если полученные значения чувствительности для каждого изотопа не менее значений, приведенных в таблице 3.

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

Подают на вход масс-спектрометра контрольный раствор и 10 раз измеряют интенсивность сигнала на массе 5 а.е.м. Вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности сигнала.

Результаты операции поверки считают положительными, если полученные значения уровня фонового сигнала на массе 5 а.е.м. не превышают значения, приведенного в таблице 3.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

По полученным в 10.2 данным по интенсивности выходного сигнала для каждого изотопа рассчитывают относительное СКО выходного сигнала σ , %, 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 операции поверки масс-спектрометра считают положительными, если полученные значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значения, приведенного в таблице 3.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

12.2 Результаты поверки передают 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 оформляют 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

Инженер 1 категории ФГБУ "ВНИИМС"



Д.Р. Гуммель

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 Стандартный образец состава раствора ионов лития (ГСО 7780-2000), 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 Стандартный образец состава раствора ионов индия (ГСО 11123-2018), с массовой концентрацией ионов индия от 0,95 до 1,06 г/дм³, допускаемое значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$ не более 0,8 %.

А.1.3 Стандартный образец состава раствора ионов висмута III (ГСО 7477-98), 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.1.4 Колбы мерные 2–10–2, 2–100–2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.5 Пипетки с одной отметкой 1–2–1 по ГОСТ 29169-91.

А.1.6 Пипетки 1–1–2-5 по ГОСТ 29227-91.

А.1.7 Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018.

А.1.8 Азотная кислота, квалификации «о.ч.» по ГОСТ 11125-84.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

А.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов лития 10 мг/дм³, ионов индия 10 мг/дм³, ионов висмута 10 мг/дм³ (раствор А)

В колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят по 1 см³ ГСО состава раствора ионов лития, ГСО состава раствора ионов индия, 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 0,1 мг/дм³, ионов индия 0,1 мг/дм³, ионов висмута 0,1 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 0,001 мг/дм³, ионов индия 0,001 мг/дм³, ионов висмута 0,001 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.

Контрольный раствор используют свежеприготовленным.