



УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель директора по инновациям  
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов  
«12» октября 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений  
Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой  
ICPMS-2030

Методика поверки

МП 045.Д4-16  
с Изменением № 2

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Negroda  
«12» октября 2020 г.

Москва  
2020 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой ICPMS-2030 (далее по тексту – масс-спектрометры), предназначенные для измерения элементного и изотопного состава жидких веществ и материалов в соответствии с аттестованными методиками (методам) измерений (при использовании в сфере государственного регулирования и обеспечения единства измерений) при проведении их первичной и периодических поверок.

*(Измененная редакция, Изм. №1)*

Интервал между поверками – 1 год.

## 2 Операции и средства поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	8.4		
Определение уровня фоновых сигнала на массе 220 а.е.м	8.4.1	Да	Да
Определение чувствительности	8.4.2	Да	Да
Определение пределов обнаружения элементов (по критерию 3 $\sigma$ )	8.4.3	Да	Да
Определение относительного СКО среднего арифметического выходного сигнала	8.4.4	Да	Да
Определение относительной интенсивности сигнала оксидных ионов	8.4.5	Да	Да
Определение относительной интенсивности сигнала двухзарядных ионов	8.4.6	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

## 3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

**п. 3.1 (Измененная редакция, Изм. №1)**

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	Вода 2-й степени чистоты.	ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».
8.4.2 – 8.4.6	Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Ва (ГСО 7760-2000), Вi III (ГСО 7477-98), Ве (ГСО 7759-2000), In (ГСО 11123-2018)	<p>Массовая концентрация ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 1 %;</p> <p>Массовая концентрация ионов висмута (III) от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 1 %;</p> <p>Массовая концентрация ионов бериллия от 0,095 до 0,105 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 1 %;</p> <p>Массовая концентрация ионов индия от 0,95 до 1,06 г/дм<sup>3</sup>, допускаемое значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения при коэффициенте охвата k=2 не более 0,8 %.</p>

**п. 3.1 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых масс-спектрометров с требуемой точностью.

**4 Требования к квалификации поверителей**

4.1 К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации масс-спектрометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

**5 Требования безопасности**

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной

защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 В данном приборе используются аргон и гелий под высоким давлением. Следите, чтобы в пределах 2 м вокруг газового баллона не было источников открытого огня, а температура в помещении, где установлен газовый баллон, не поднималась выше 40 °С. Убедитесь, что баллон закреплен хомутами и т.п. и не перевернется. Полностью проветривайте помещение, где производятся измерения, а по завершении работы с газом немедленно перекройте главный вентиль баллона.

5.5 Не проводите измерения взрывчатых, воспламеняющихся или огнеопасных материалов, и не вводите их в прибор.

5.6 В зависимости от исследуемого образца могут выделяться токсичные газы, поэтому убедитесь, что прибор подключен к системе вытяжной вентиляции, и обязательно включайте вентиляцию во время проведения анализа.

## 6 Условия проведения поверки

6.1 Все этапы поверки, за исключением особо оговоренных, проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С	от 18 до 28;
- относительная влажность воздуха, %	от 20 до 70;
- атмосферное давление, кПа	от 94 до 106;
- номинальное напряжение электропитания, В	(от 200 до 240) ± 10 %;
- номинальная частота, Гц	50/60.

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим. В помещении не должно быть кислотных, щелочных и других газов, способных вызвать значительную коррозию металлов, а также газообразных органических растворителей (особенно бензина и разбавителя), способных вызвать коррозию краски.

6.3 В помещении не допускаются посторонние источники ионизирующего излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля. Если линия электропитания генерирует помехи, следует поставить фильтр-шумоподаватель. Заземление прибора должно быть независимым с сопротивлением не более 30 Ом.

6.4 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры воздуха в течение часа – не более 2 °С.

6.5 Не ставьте на прибор сосуды с жидкостями. Если жидкость попадет внутрь прибора, то может произойти возгорание, поражение оператора электротоком или отказ прибора.

## 7 Подготовка к поверке

7.1 Подключите сетевой шнур масс-спектрометра к источнику электропитания.

7.2 Подключите сетевой шнур к независимой линии заземления сопротивлением макс. 30 Ом.

7.3 Подключите газовые линии и дополнительное оборудование согласно схеме, представленной на рисунке 1.

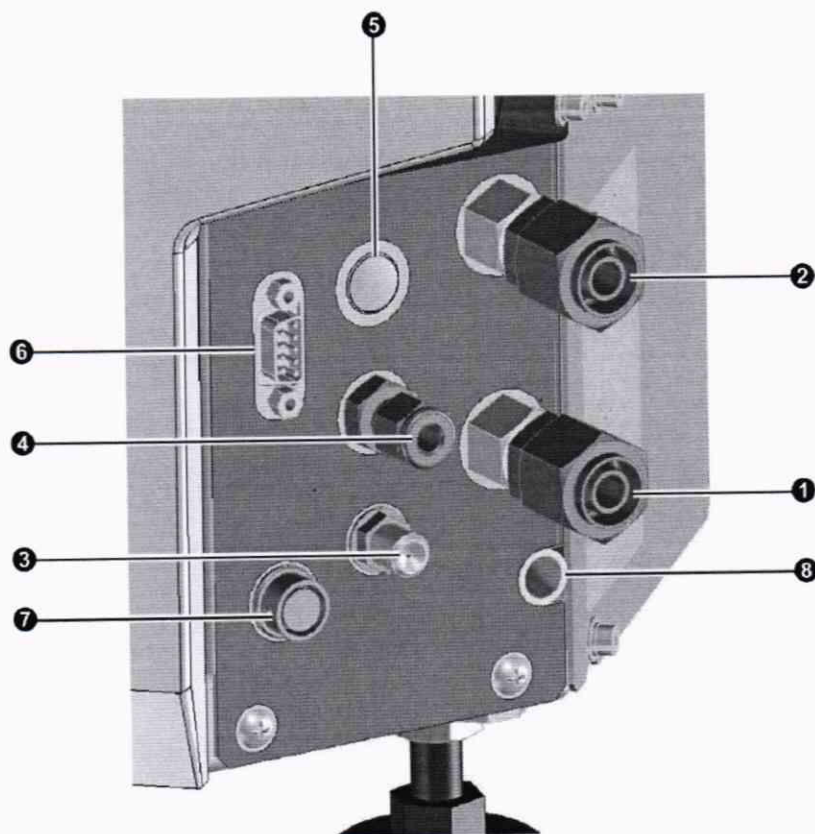


Рисунок 1

1 – подключение охлаждающей воды(вывод); 2 – подключение охлаждающей воды(ввод); 3 – порт подачи гелия; 4 – порт подачи аргона; 5 – порт подачи смеси  $Ar+O_2$ (опция); 6 – разъем подключения автосамплера; 7 – разъем для наружного вывода; 8 – сливная трубка для отвода протечек воды.

7.4 Соедините разъемы LAN на главном модуле масс-спектрометра и на ПК при помощи кабеля LAN.

7.5 Включите вытяжную вентиляцию, подключенную к выходному штуцеру.

7.6 Откройте кран линии водопроводной воды на шланге, подключенном к главному модулю масс-спектрометра или включите блок питания внешнего охладителя (если он предусмотрен).

7.7 Откройте главный вентиль газового баллона (с аргоном или гелием), подключенного к главному модулю прибора. Главный газовый вентиль открывайте после установки давления газа: Аргон ( $450 \pm 10$ ) кПа; Гелий ( $150 \pm 10$ ) кПа.

7.8 Включите сетевой выключатель, расположенный на левой стороне главного модуля масс-спектрометра. Включится электропитание масс-спектрометра, а световой индикатор загорится зеленым светом.

7.9 Включите электропитание ПК.

7.10 В соответствии с приложением Б подготовить контрольный многоэлементный раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия.

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Проверку проводят визуально. Проверяют соответствие расположения органов управления, надписей и обозначений требованиям технической документации; отсутствие механических повреждений на корпусах масс-спектрометров, влияющих на их работоспособность; чистоту гнезд, разъемов и клемм.

8.2.2 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

### 8.2 Опробование

8.2.1 Запустите программное обеспечение дважды кликнув по значку (LabSolutions ICPMS) на рабочем столе

8.2.2 В отобразившемся на рабочем столе окне экрана запуска кликните по значку «Analysis». (заменить на LabSolutions ICPMS)

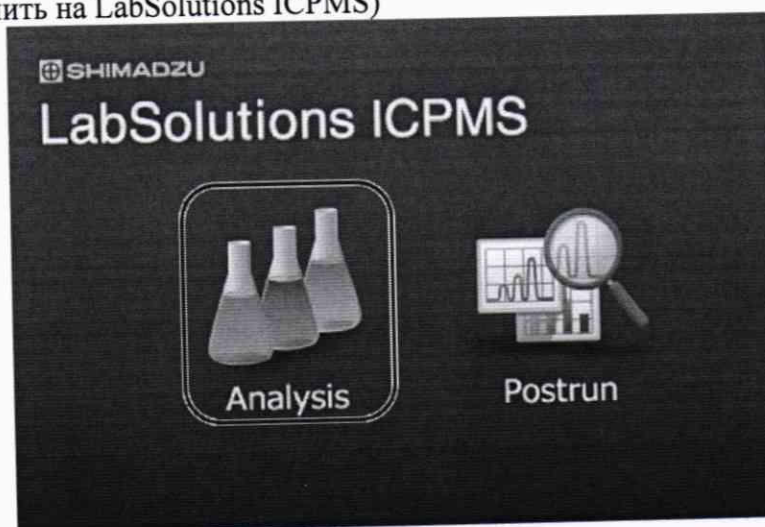


Рисунок 2

Запустится программа анализа и откроется главное окно (см. рисунок 3)

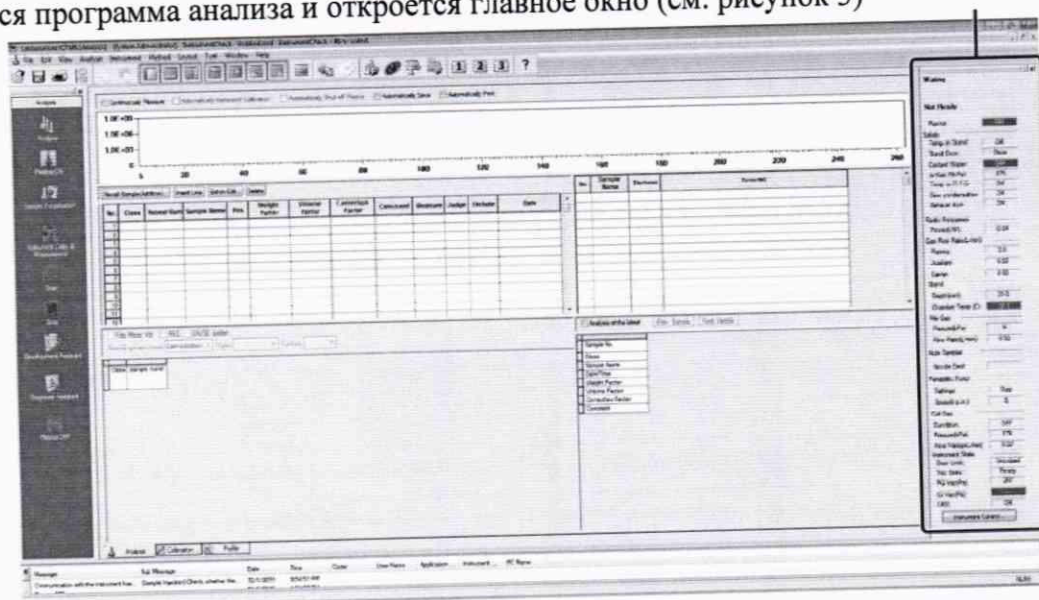


Рисунок 3

Кликните по «New Analysis» (Новый анализ) в меню «Analysis». Откроется экран «New Analysis».

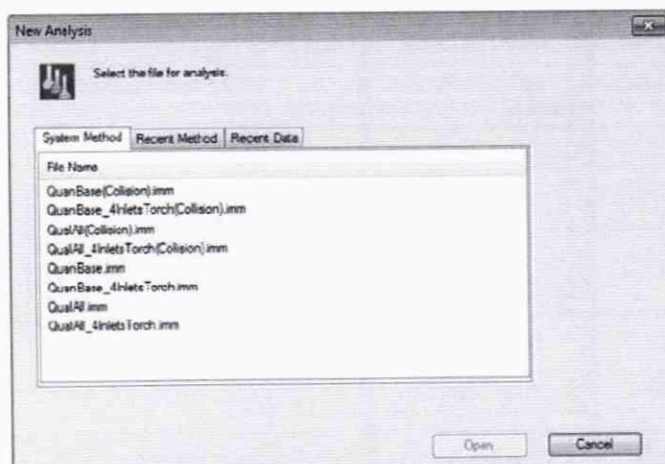


Рисунок 4

Во вкладке «System Method» (Системный метод). Выберите метод, который будет использован при измерении. В общем случае – «QuanBase(Collision).imm». Экран «New Analysis» закроется, а откроется файл выбранного метода.

#### п. 8.2.4 (Измененная редакция, Изм. №1)

8.2.3 Кликните по значку «Plasma ON» на панели помощи или кликните по «Plasma ON» (Плазма ВКЛ) в меню «Analysis». Откроется экран «Plasma ON». Проверьте «Ignition Mode» (Режим поджига) и «Attached Instruments» (Подключенные приборы). Отобразятся пункты «Ignition Mode» и «Attached Instruments», заданные в выбранном методе (см. рисунок 5)

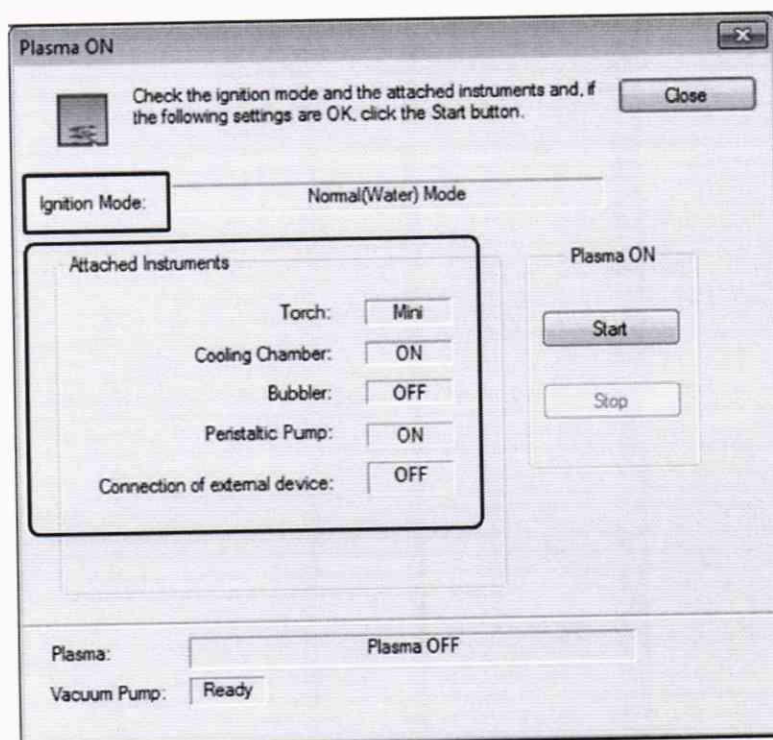


Рисунок 5

Кликните «Start». Плазма будет включена. Пока идет включение, на панели масс-спектрометра отображается «Busy». По завершении процесса включения плазмы на панели масс-спектрометра отображается «Ready». Кликните «OK».

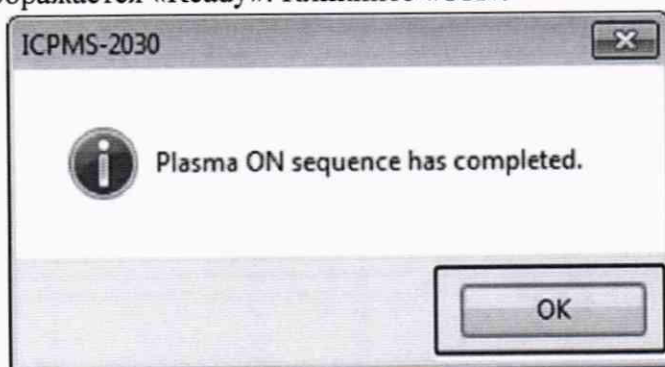
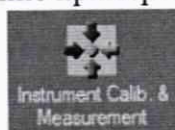


Рисунок 6

Чтобы анализ выполнялся должным образом, после появления сообщения «Ready» следует подождать прогрева в течение примерно 30 минут.



8.2.4 Кликните по значку (Instrument Calib. & Measurement) на панели помощи. Отобразится экран «Instrument Calibration». Кликните по вкладке «Sequence» (Последовательность).

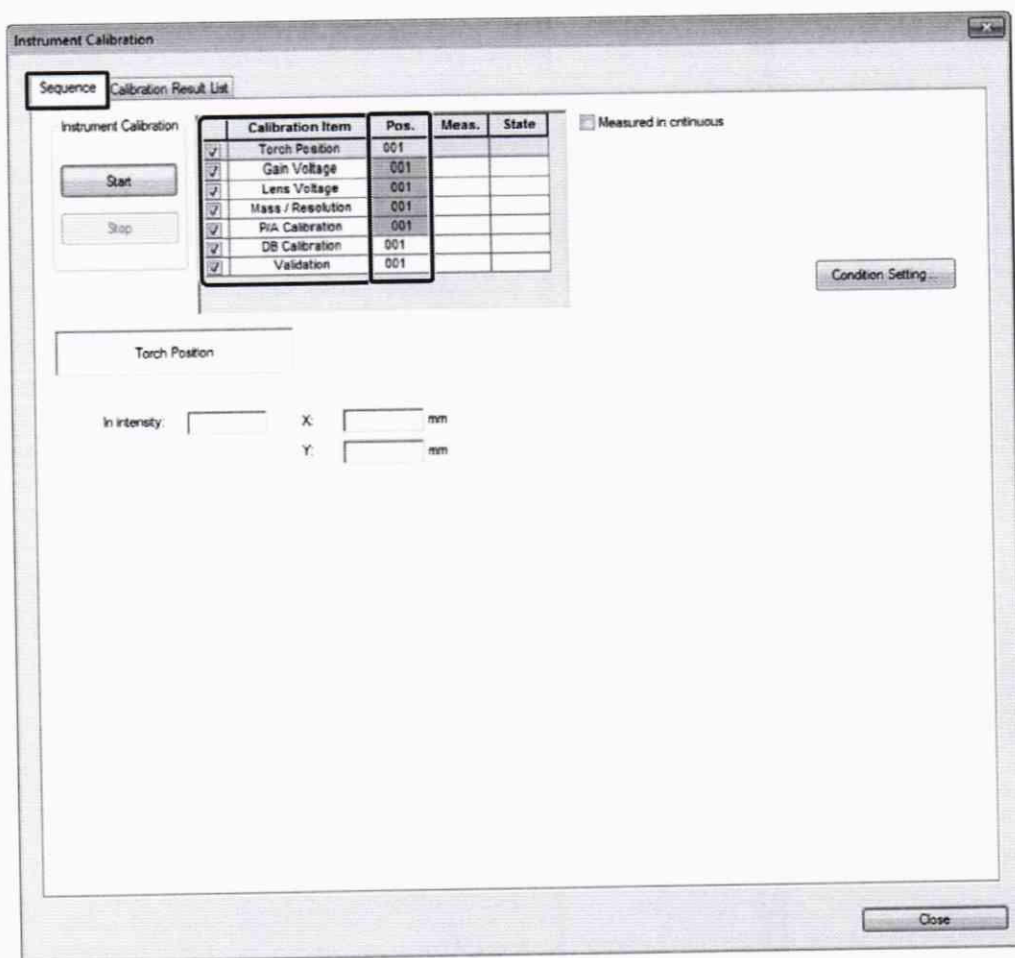


Рисунок 7



В списке «Calibration Item» (Калибровочные параметры) оставьте отметку (флажок) только в строке «Validation» кликните по «Condition Setting» (Задание условий) во вкладке «Sequence». Откроется подокно «Condition Setting» (см. рисунок 8).

**п. 8.2.4 (Измененная редакция, Изм. №1)**

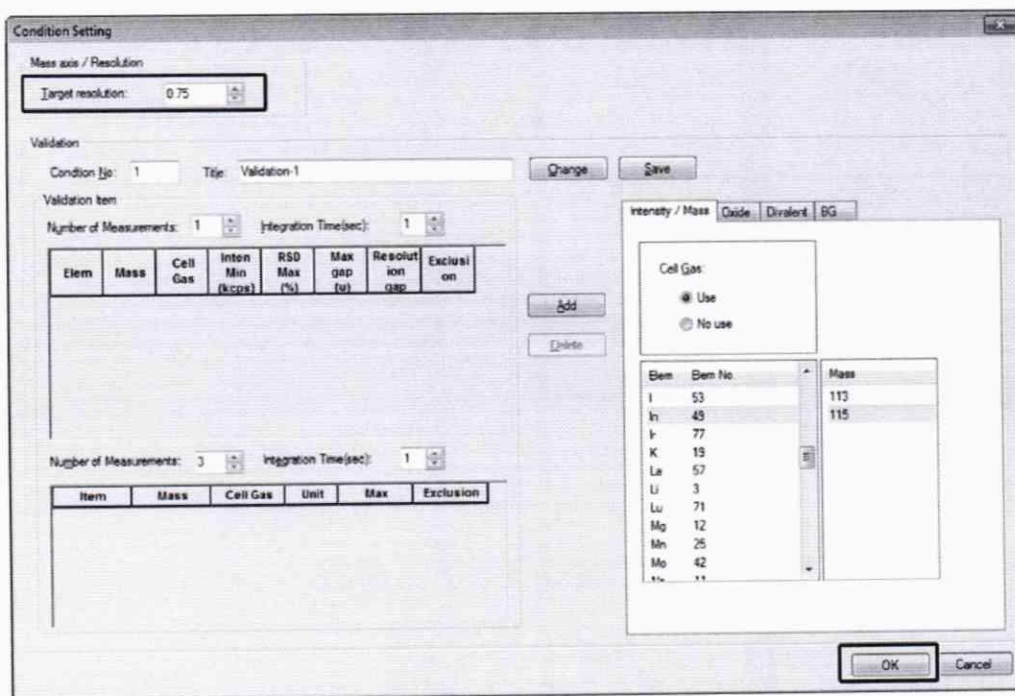


Рисунок 8

Введите числовое значение в пункт «Target resolution» (Целевое разрешение) 0,75. Выберите число измерений 3, кликните «Change», в окне «Title» введите название «Проверка». Во вкладке «Intensity/Mass» выберите элементы Bi, Be и In; во вкладке «Oxide» выберите Ba, а в колонке «Mass» укажите 138; во вкладке «Divalent» выберите Ba и в колонке «Mass» укажите 138; во вкладке «BG» задайте массу фона 220. В колонке «Inten Min (kcps)» введите значение «100» для Bi, значение «6» для Be, значение «50» для In; в колонке «Max» введите значение «2» для Ba «Oxide», значение «7» для Ba «Divalent», значение «2» для «BG». После установки всех необходимых параметров нажать на кнопку «OK».

**п. 8.2.4 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

Опустить пробозаборник масс-спектрометра в колбу с контрольным многоэлементным раствором ионов бериллия, индия, висмута и бария, приготовленным согласно приложению Б и нажать кнопку «Start». Последующие измерения проводить, предварительно выбрав в окне «Title» операцию «Проверка».

**п. 8.2.4 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

8.2.5 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию проверки, если в протоколе калибровки (вкладка «Calibration Result List») будут приведены следующие значения: для Bi  $\geq 100$ , для Be  $\geq 6$ , для In  $\geq 50$  для Ba «Oxide»  $\leq 2$ , для Ba «Divalent»  $\leq 7$ , для «BG»  $\leq 2$ .

**п. 8.2.5 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

**8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения**

8.3.1 Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на масс-спектрометры.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения масс-спектрометров необходимо в главном окне программы LabSolutions ICPMS (см. рисунок 3) зайти во вкладку «Help» и затем нажать на раздел «About». После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 9).

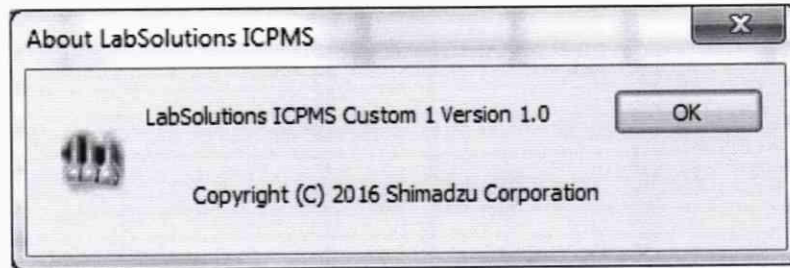


Рисунок 9

8.3.3 Масс-спектрометры считаются прошедшим операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions ICPMS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма)	-

п. 8.3.3 (Измененная редакция, Изм. №2)

## 8.4 Определение метрологических характеристик

### 8.4.1 Определение уровня фонового сигнала на массе 220 а.е.м

8.4.1.1 Используя воду 2й степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987), измерить интенсивность сигналов на массе 220 а.е.м. Для этого кликните по вкладке «BG» в окне «Condition Setting», присвойте пункту «Cell Gas» «No use» (Не использовать). В пункт «BG Mass» (Масса фона) введите массу 220, которая будет использована для измерения фона. Установить время интеграции 1 сек.

п. 8.4.1.1 (Измененная редакция, Изм. №1)

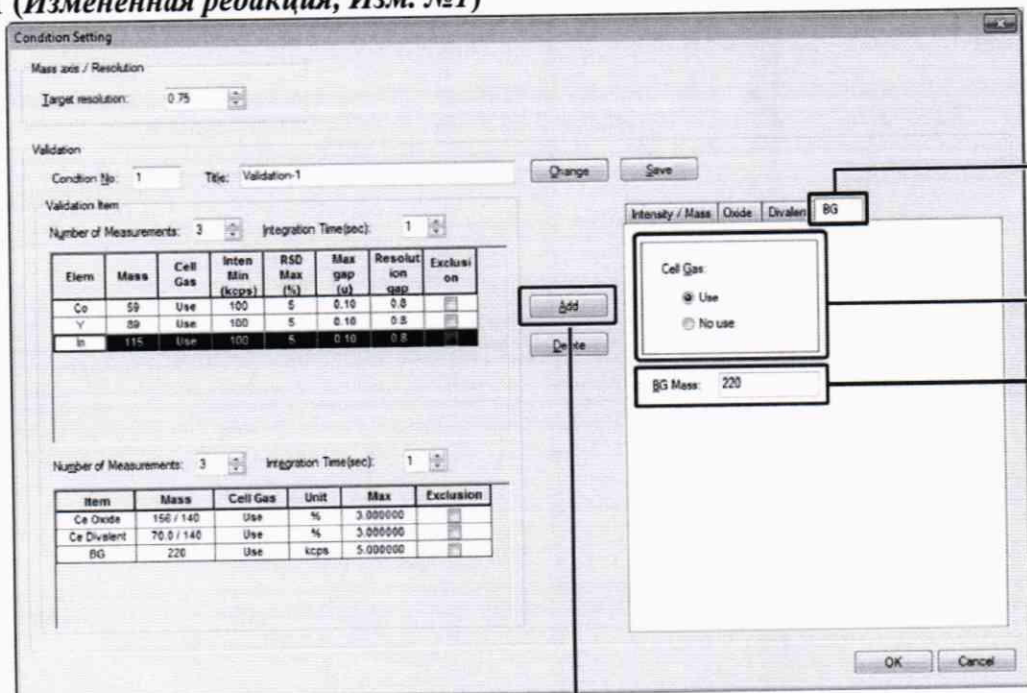


Рисунок 10

8.4.1.2 Операцию по п. 8.4.1.1 повторить 5 раз. Вычислить среднее значение интенсивности сигналов на массе 220 а.е.м. по формуле (1):

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

где  $I_i$  - результат измерения интенсивности сигналов на массе 220 а.е.м., имп/с;  
 $n$  – число измерений.

8.4.1.3 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если значения уровня фонового сигнала на массе 220 а.е.м. не превышает 2 имп/с.

### 8.4.2 Определение чувствительности.

8.4.2.1 Чувствительность масс-спектрометров определяют по интенсивности сигналов, соответствующих однозарядным ионам изотопов. Используя контрольный многоэлементный раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия, измерить интенсивность сигналов изотопов  $^9\text{Be}$ ,  $^{209}\text{Bi}$ ,  $^{115}\text{In}$ . Для этого кликните по вкладке «Intensity / Mass» в окне «Condition Setting», присвойте пункту «Cell Gas» «No use» (Не использовать). Выберите «Elem» (Элемент) – (Be, Bi, In), который будет задействован в измерении. Выберите «Mass» (Массу) – (9, 209, 115-соответственно), которая будет задействована в измерении. Кликните «Add» (Добавить). Установить время интеграции 1 сек.

#### п. 8.4.2.1 (Измененная редакция, Изм. №1,2)

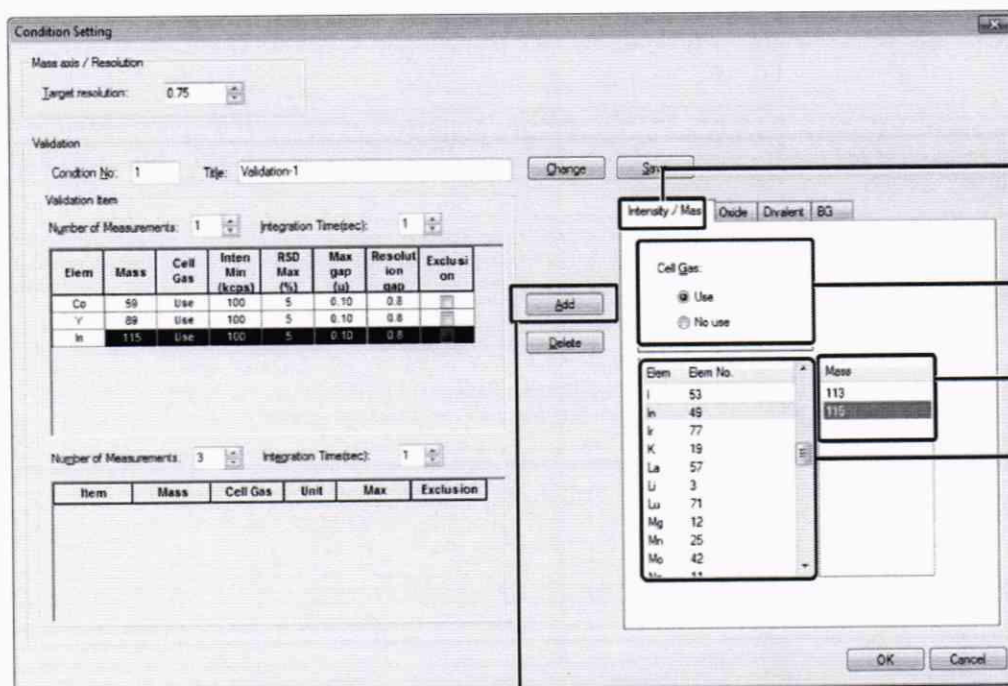


Рисунок 11

Операцию повторить 10 раз. Вычислить среднее значение интенсивности каждого сигнала по формуле (1).

8.4.2.2 Рассчитать чувствительность для каждого из изотопов в пересчете на массовую концентрацию контрольного многоэлементного раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия, равную 1 мкг/дм<sup>3</sup> по формуле (2):

$$S = \frac{\bar{I}}{c}, \quad (2)$$

где  $\bar{I}$  – среднее арифметическое значение интенсивности сигнала, имп/с;  
 $c$  – массовая концентрация элемента, мкг/дм<sup>3</sup>.

8.4.2.3 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренные значения чувствительности составляют не менее:

$6 \cdot 10^3$  (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>) для  $^9\text{Be}$ ;

$100 \cdot 10^3$  (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>) для <sup>209</sup>Bi;  
 $50 \cdot 10^3$  (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>) для <sup>115</sup>In.

**п. 8.4.2.3 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

**8.4.3 Определение пределов обнаружения элементов (по критерию 3 σ)**

8.4.3.1 Предел обнаружения для каждого из элементов <sup>9</sup>Be, <sup>209</sup>Bi, <sup>115</sup>In определяют по формуле (3):

$$\sigma = \frac{3 \cdot \bar{I} \cdot 1000}{S}, \quad (3)$$

где  $\bar{I}$  – уровень фонового сигнала по каждому из элементов по п. 8.4.1, имп/с;

$S$  – чувствительность масс-спектрометров по каждому элементу, (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>)

по п. 8.4.2.

**п. 8.4.3.1 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

8.4.3.2 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если рассчитанные значения пределов обнаружения составляют не более:

14 нг/дм<sup>3</sup> для <sup>9</sup>Be;

6 нг/дм<sup>3</sup> для <sup>115</sup>In;

6 нг/дм<sup>3</sup> для <sup>209</sup>Bi.

**п. 8.4.3.2 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

**8.4.4 Определение относительного СКО среднего арифметического выходного сигнала**

8.4.4.1 По данным, полученным в п. 8.4.2.1 рассчитать относительное СКО среднего арифметического выходного сигнала для каждого элемента по формуле (4):

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{I}}, \quad (4)$$

8.4.4.2 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если рассчитанные значения относительного СКО среднего арифметического выходного сигнала не превышают 6 %.

**п. 8.4.4.2 (Измененная редакция, Изм. №1)**

**8.4.5 Определение относительной интенсивности сигнала оксидных ионов**

8.4.5.1 Используя контрольный многоэлементный раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия, измерить относительную интенсивность сигналов оксидных ионов BaO<sup>+</sup>. Для этого кликните по вкладке «Oxide» в окне «Condition Setting», присвойте пункту «Cell Gas» «No Use» (Не использовать). Выберите «Elem» (Элемент), который будет задействован в измерении (Ba). Выберите «Mass» (Массу), соответствующую иону Ba<sup>+</sup>, которая будет задействована в измерении (138). Кликните «Add» (Добавить). При этом программно для измерений задаётся масса 154 а.е.м, соответствующая оксидному иону BaO<sup>+</sup>. Установить время интеграции 1 сек и число измерений 5 (см. рисунок 12)

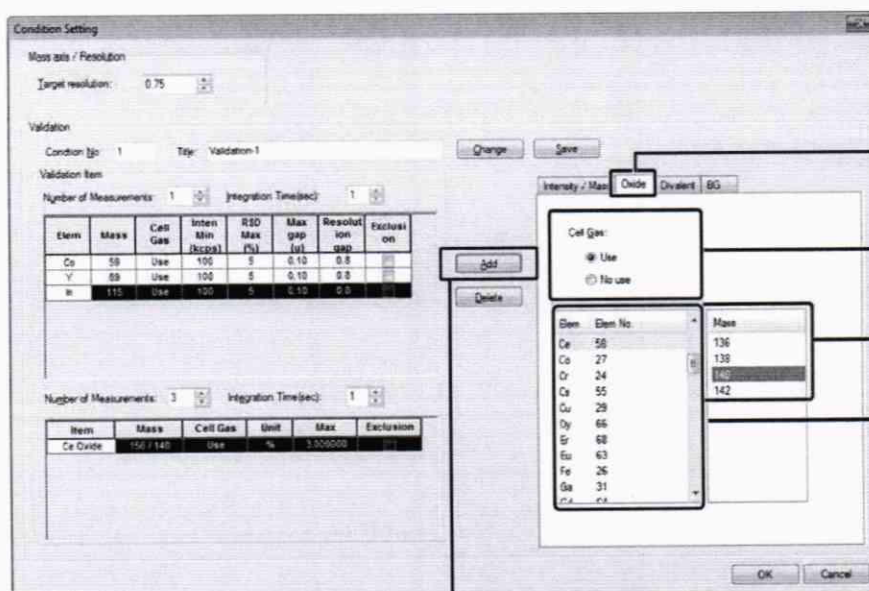


Рисунок 12

**п. 8.4.5.1 (Измененная редакция, Изм. №2)**

Проведите последовательно 5 измерений относительной интенсивности сигнала оксидных ионов.

**п. 8.4.5.1 (Измененная редакция, Изм. №1)**

8.4.5.2 По полученным данным вычислить среднее значение относительной интенсивности сигнала оксидных ионов по формуле (5):

$$\bar{I}_{\text{отн.}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{отн.}i}}{n}, \quad (5)$$

где  $I_{\text{отн.}i}$  – относительная интенсивность сигнала оксидных ионов, %  
 n - количество измерений

**п. 8.4.5.2 (Измененная редакция, Изм. №1)**

8.4.5.3 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию проверки, если полученное значение относительной интенсивности оксидных ионов ( $^{154}\text{BaO}^+ / ^{138}\text{Ba}^+$ ) не превышает 2 %.

**п. 8.4.5.3 (Измененная редакция, Изм. №1)**

**8.4.6 Определение относительной интенсивности сигнала двухзарядных ионов**

8.4.6.1 Используя контрольный многоэлементный раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия, измерить относительную интенсивность сигналов, соответствующих соотношению масса/заряд ионов  $\text{Ba}^{2+}$ . Для этого кликните по вкладке «Divalent» в окне «Condition Setting», присвойте пункту «Cell Gas» «No Use» (Не использовать). Выберите «Elem» (Элемент), который будет задействован в измерении (Ba). Выберите «Mass» (Массу), соответствующую иону  $\text{Ba}^+$ , которая будет задействована в измерении (138). Кликните «Add» (Добавить). При этом программно для измерений задаётся масса 69 а.е.м, соответствующая двухзарядному иону  $\text{Ba}^{2+}$ . Установить время интеграции 1 сек и число измерений 5 (см. рисунок 13).

Проведите последовательно 5 измерений относительной интенсивности сигнала двухзарядных ионов.

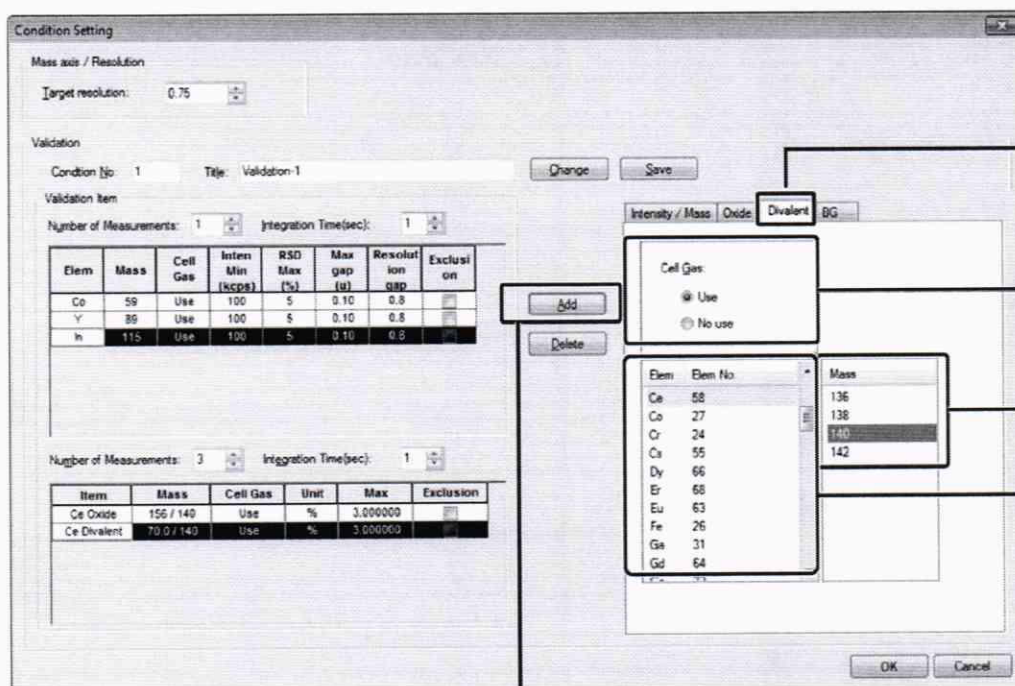


Рисунок 13

**п. 8.4.6.1 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

8.4.6.2 По полученным данным вычислить среднее значение относительной интенсивности сигнала двухзарядных ионов по формуле (6):

$$\bar{I}_{\text{отн.}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{отн.}i}}{n}, \quad (6)$$

где  $I_{\text{отн.}i}$  – относительная интенсивность сигнала двухзарядных ионов, %  
 $n$  - количество измерений

**п. 8.4.6.2 (Измененная редакция, Изм. №1,2)**

8.4.6.3 Масс-спектрометры считаются прошедшими операцию проверки, если полученное значение относительной интенсивности двухзарядных ионов ( $^{138}\text{BaO}^{2+}/^{69}\text{Ba}^{+}$ ) не превышает 7 %.

**п. 8.4.6.3 (Измененная редакция, Изм. №1)**

## **9 Оформление результатов поверки**

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола приведена в приложении А настоящей методики поверки).

9.2 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

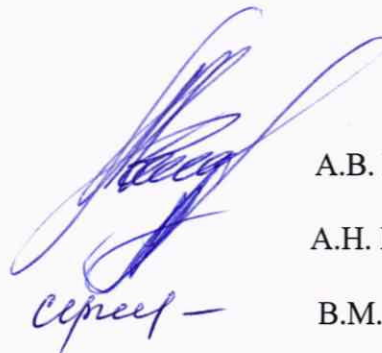
**(п. 9.2 в редакции с изменениями №2, согласно извещению об изменении №2, введенным в действие 12.10.2020 г.)**

**(п. 9.3 в редакции с изменениями №2, согласно извещению об изменении №2, введенным в действие 12.10.2020 г.)**

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

А.Н. Шобина

В.М. Сергеева

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**(Обязательное)**  
**к Методике поверки МП 045.Д4-16**  
**«Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой ICPMS-2030»**  
**с изменением № 2, утвержденным ФГУП «ВНИИОФИ» 12.10.2020г**

**ПРОТОКОЛ**  
**первичной / периодической поверки**  
**от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ года**

**Средство измерений:** Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой ICPMS-2030  
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

\_\_\_\_\_ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

**Зав. №** \_\_\_\_\_ **№/№** \_\_\_\_\_  
Заводские номера блоков

**Принадлежащее** \_\_\_\_\_  
Наименование юридического лица, ИНН

**Поверено в соответствии с методикой поверки** «ГСИ. Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой ICPMS-2030. Методика поверки МП 045.Д4-16 » с изменением № 2, утвержденным ФГУП «ВНИИОФИ» «12» октября 2020 г.  
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

**С применением эталонов** \_\_\_\_\_  
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

**При следующих значениях влияющих факторов:**  
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность, %
- атмосферное давление, кПа
- напряжение, В
- частота, Гц

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

**Рекомендации** \_\_\_\_\_  
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность



**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
**(Обязательное)**  
**к Методике поверки МП 045.Д4-16**  
**«Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой ICPMS-2030»**  
**с изменением № 2, утвержденным ФГУП «ВНИИОФИ» 12.10.2020г.**

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО МНОГОЭЛЕМЕНТНОГО  
РАСТВОРА ИОНОВ БЕРИЛЛИЯ, БАРИЯ, ВИСМУТА И ИНДИЯ НА  
ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7759-2000, ГСО 7760-2000, ГСО 7477-98, ГСО  
11123-2018**

**Б.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия на основе разбавления ГСО 7759-2000, ГСО 7760-2000, ГСО 7477-98, ГСО 11123-2018. Контрольный многоэлементный раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия предназначен для проведения поверки масс-спектрометров с индуктивно-связанной плазмой ICPMS-2030. Значение массовой концентрации ионов бериллия, бария, висмута и индия в контрольном растворе составляет 1 мкг/дм<sup>3</sup>.

**Б.2 Нормы и погрешности**

Б.2.1 Характеристики погрешности контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия с погрешностью значений массовой концентрации ионов бериллия, бария, висмута и индия не превышающих при доверительной вероятности  $P=0,95$  доверительных интервалов абсолютной погрешности ( $\pm\Delta A$ ) при соблюдении всех регламентированных условий.

**Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы**

Б.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 см<sup>3</sup>, допустимая абсолютная погрешность  $\pm 0,20$  см<sup>3</sup>;

Б.3.2 1-канальный механический дозатор «ВЮНИТ» - регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 36152-07, с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы при температуре  $(22 \pm 2)$  °С от 0,7 до 0,3 %, пределы допускаемой систематической составляющей дополнительной относительной погрешности дозаторов при отклонении температуры окружающего воздуха от 22 °С не более  $\pm 2,0$  % на каждые 10 °С или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, 29228-91.

Б.3.3 ГСО 7759-2000, ГСО 7760-2000, ГСО 7477-98, ГСО 11123-2018 (метрологические характеристики указаны в таблице 2).

Б.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия».

Б.3.5 Кислота азотная квалификации Ч.Д.А. по ГОСТ 4461-77 «Реактивы. Кислота азотная. Технические условия».

Б.3.6 Используемые средства измерений должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

#### Б.4 Требования безопасности

Б 4.1 Применение ГСО 7759-2000, ГСО 7760-2000, ГСО 7477-98, ГСО 11123-2018 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

Б.4.2. Азотная кислота при непосредственном контакте с кожей вызывает ожоги. Дым, содержащий азотную кислоту, раздражает дыхательные пути, вызывает разрушение зубов, конъюнктивиты. При работе с препаратом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки, спецодежда), а также соблюдать правила личной гигиены. Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Работы с азотной кислотой следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

#### Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия.

Б.6.1 Приготовление контрольного многоэлементного раствора бериллия, бария, висмута и индия проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха ( $20 \pm 5$ ) °С
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа
- относительная влажность воздуха ( $60 \pm 15$ ) %

Б.6.2 Контрольный многоэлементный раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия готовится и используется непосредственно в день проведения поверки.

Б.7 Приготовление контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия.

Приготовить основной раствор ионов бериллия, бария, висмута и индия с массовой концентрацией 1 мг/дм<sup>3</sup>. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 мл ввести с помощью дозатора или пипетки по 0,1 мл ГСО 11123-2018, ГСО 7477-98, ГСО 7760-2000 и 1 мл ГСО 7759-2000. С помощью дозатора или пипетки добавить 2 мл азотной кислоты и довести до метки дистиллированной водой. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Из основного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия с массовой концентрацией 1 мг/дм<sup>3</sup> с помощью дозатора или пипетки отбирают аликвоту в 1 мл, а затем переносят её в мерную колбу объемом 1000 мл. С помощью дозатора или пипетки добавляют в неё 10 мл азотной кислоты. Колбу доводят дистиллированной водой до метки, закрывают пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный

контрольный многоэлементный раствор имеет массовую концентрацию ионов бериллия, бария, висмута и индия 1 мкг/дм<sup>3</sup>.

Б.8 Оценка метрологических характеристик контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия.

Б.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов бериллия, бария, висмута и индия ( $\Delta A$ ) в контрольном многоэлементном растворе, рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100 \quad (\text{Б.1})$$

где  $\delta$  - относительная погрешность приготовления контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия, %, рассчитываемая по формуле (Б.4):

$X$  - концентрация контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия, мкг/дм<sup>3</sup>;

Б.8.2 Относительная погрешность основного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия рассчитывается по формуле:

$$\delta_{\text{осн.}} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2} \quad (\text{Б.2})$$

где  $\delta_1$  - максимальная относительная погрешность используемых ГСО, %, в соответствии с паспортом;

$\delta_2$  - относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального 1-канального механического дозатора, %, в соответствии с описанием типа;

$\delta_3$  - относительная погрешность измерений объема мерной колбы 100 мл, %, рассчитываемая по формуле (Б.3).

$$\delta_1 = (\Delta V_{\text{к}} / V_{\text{к}}) \cdot 100, \quad (\text{Б.3})$$

где  $\Delta V_{\text{к}}$  - допустимая абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы 100 мл, см<sup>3</sup>, в соответствии с ГОСТ 1770-74;

$V_{\text{к}}$  - объем мерной колбы, см<sup>3</sup>.

Б.8.3 Относительная погрешность приготовления контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия рассчитывается по формулам (Б.4):

$$\delta = \sqrt{\delta_{\text{осн}}^2 + \delta_2^2 + \delta_4^2} \quad (\text{Б.4})$$

где  $\delta_{\text{осн}}$  - относительная погрешность основного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия, %;

$\delta_2$  - относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального 1-канального механического дозатора, %, в соответствии с описанием типа;

$\delta_4$  - относительная погрешность измерений объема мерной колбы 1000 мл, %, рассчитываемая по формуле (Б.5).

$$\delta_4 = (\Delta V_{\text{к}} / V_{\text{к}}) \cdot 100, \quad (\text{Б.5})$$

где  $\Delta V_{\text{к}}$  - допустимая абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы 1000 мл, см<sup>3</sup>, в соответствии с ГОСТ 1770-74;

$V_{\text{к}}$  - объем мерной колбы, см<sup>3</sup>.

А.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленного контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Метрологических характеристик приготовленных контрольных растворов ионов элементов

№ контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия	Массовая концентрация контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия, мкг/дм <sup>3</sup>	Абсолютная погрешность контрольного многоэлементного раствора ионов бериллия, бария, висмута и индия, ΔА, мкг/дм <sup>3</sup>
1	1	± 0,014