

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В.Гоголинский

М.п. 25 января 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений


Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой
моделей 7900 ICP-MS и 8800 Triple Quad

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП 242-1665-2013

(с изменением № 1)

Руководитель отдела государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


Л. А. Конопелько

Ст. научный сотрудник


М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика по поверке распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной моделью 7900 ICP-MS и 8800 Triple Quad и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
		первичная	периодическая
Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	да	да
Опробование	6.2	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
Определение метрологических характеристик	6.4	да ¹⁾	да ¹⁾
Определение метрологических характеристик по документу на методику выполнения измерений	—	нет	да ²⁾

Примечания: ¹⁾ Проводится:

- при первичной поверке;
- при периодической поверке в том случае, когда на масс-спектрометре реализовано несколько МВИ.

²⁾ Проводится по требованию владельца прибора в том случае, если на масс-спектрометре реализована одна МВИ. Пункт 6.3. при этом не выполняется.

Согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», допускается проводить периодическую поверку в соответствии с разделами «Контроль точности» аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик выполнения измерений (далее – МВИ) или разделов «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизованных МВИ¹, реализованных на поверяемом приборе (см. примечания к табл.1).

¹ Принятых и введенных в действие постановлением Госстандарта РФ или постановлением Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование основных и вспомогательных средств поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.3	Государственные стандартные образцы растворов ионов металлов: ГСО 7780-2000 (Литий), ГСО 8463-2003 (Висмут), ГСО 7145-95/7147-95 (Стронций). Меры вместимости: пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, колбы наливные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74. Вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 по ГОСТ Р 52501-2005.
4.1	Термометр лабораторный ТЛ 4-А2 ГОСТ 28498, диапазон измерения $(-50...+50)^\circ\text{C}$, цена деления $1,0^\circ\text{C}$.
	Психрометр аспирационный М34 ТУ 25-1607.054-85, Диапазон измерений относительной влажности 10-100 %
	Барометр-анероид, диапазон измеряемого давления от 610 до 790 мм рт. ст., предел допускаемой абсолютной погрешности ± 1 мм рт. ст., диапазон рабочих температур от 10 до 50°C

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

3.2. К проведению поверки допускаются лица имеющие удостоверение поверителя.

3.2. Для получения данных с прибора допускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха: от $+15$ до $+35^\circ\text{C}^{(1)}$;
- атмосферное давление: $(101,3 \pm 3,3)$ кПа;
- относительная влажность воздуха: не более 80 %;
- напряжение питания: (220^{+22}_{-33}) В с частотой (50 ± 1) Гц.

⁽¹⁾ с изменением не более 2°C в час.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора;
- дождаться перехода прибора в режим готовности.

5.2. Из государственных стандартных образцов в соответствии с прилагаемой к ним инструкцией и приложением А приготовить поверочный раствор со следующими массовыми концентрациями элементов:

Li (7) - 10 мкг/дм³
Sr (88) - 10 мкг/дм³
Bi (209) - 10 мкг/дм³

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса спектрометра.

6.2. Опробование.

Опробование проводится в автоматическом режиме. После включения прибора и запуска управляющей программы, в случае успешного прохождения операций самотестирования прибора, на экране компьютера должно появиться стартовое окно программы управления. В противном случае на экране появляется сообщение об ошибке.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Окно с номером версии выводится на экран при старте управляющей программы. Копии примеров экрана с окнами загрузки приведены на рисунке 1 и рисунке 2.

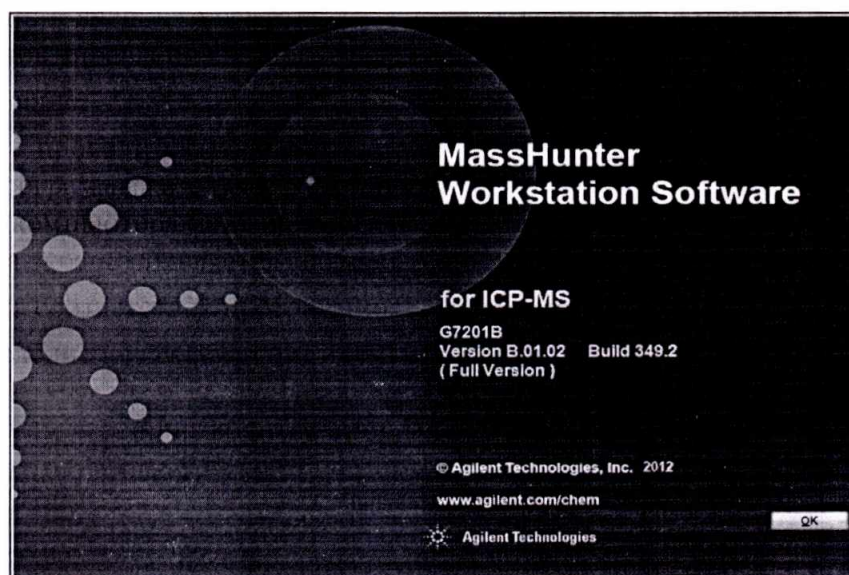


Рисунок 1 – Окно с названием и номером версии ПО MassHunter Workstation Software for ICP-MS .

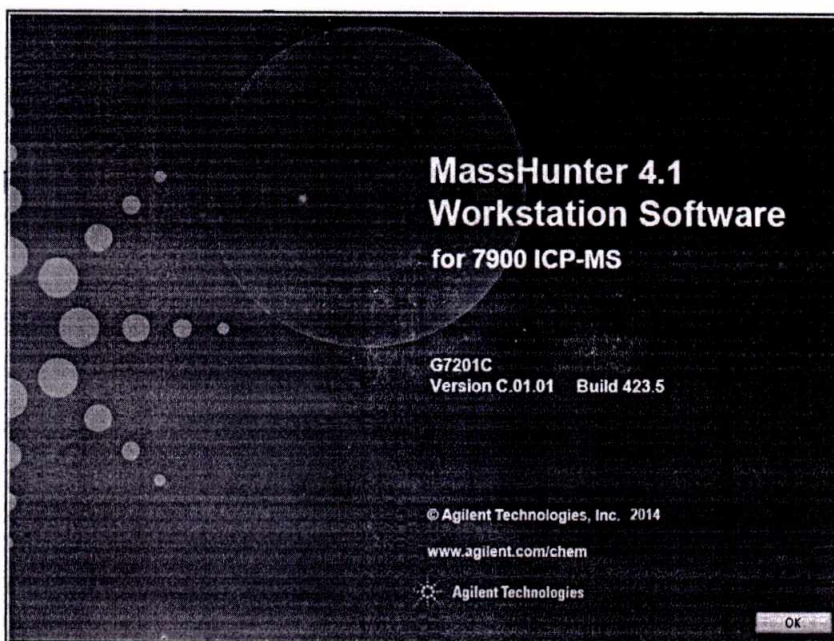


Рисунок 2 - Окно с названием и номером версии ПО MassHunter 4.X Workstation Software for ICP-MS

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3.1, если версия ПО не ниже В.01.01 для ПО MassHunter Workstation Software for ICP-MS и не ниже С.01.01 для ПО MassHunter 4.X Workstation Software for ICP-MS. Номер версии ПО может иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы. В названии ПО MassHunter 4.X Workstation Software for ICP-MS после цифры 4 (на месте X) указывается цифровой суффикс, значение которого устанавливается в зависимости от дополнительных цифровых суффиксов версии ПО.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение чувствительности

6.4.1.1. Измерение интенсивности проводится с помощью программного обеспечения спектрометра в режиме «Online» при условиях измерений, которые выставляются после проведения стандартной операции настройки спектрометра «AutoTune».

6.4.1.2. Используя поверочный раствор измерить интенсивность (скорость счета) сигналов изотопов, указанных в таблице 3 настоящей методики поверки.

6.4.2.2. Операцию по п. 6.4.1.2 повторить.

6.4.1.3. Вычислить среднее значение интенсивности (скорости счета, cps) каждого сигнала (I) и умножить его на 10^2 (коэффициент пересчета интенсивности сигнала в размерность $\text{имп/с}/(\text{мг/дм}^3)$).

6.4.1.4. Результаты определения чувствительности считаются положительными, если значения, полученные в п.6.4.1.3, не менее значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 - Чувствительность (без подачи газа-реактанта), (имп/с)/(мг/дм³), не менее:

Наименование элемента	Модель прибора	
	7900 ICP-MS	8800 Triple Quad (в режиме MC)
литий (Li)	55×10 ⁶	80×10 ⁶
стронций (Sr)	300×10 ⁶	350×10 ⁶
висмут (Bi)	300×10 ⁶	200×10 ⁶

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала

6.4.2.1. Используя поверочный раствор измерить интенсивность (скорость счета) сигналов изотопов указанных в таблице 3.

6.4.2.2. Операцию по п.6.4.2.1 повторить 10 раз подряд.

6.4.2.3. Используя полученный ряд значений интенсивности для каждого изотопа, вычислить² относительное СКО выходного сигнала по формуле:

$$S_r = \frac{100}{I} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I - I_k)^2}{n-1}}, \% \quad (1)$$

где: N – среднее арифметическое результатов n - измерении интенсивности ;

N_k – k -е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.4.3.5 Результат определения относительного СКО выходного сигнала для модели 7900 ICP-MS считаются положительными, если ни одно из значений не превышает 2,0 %.

Результат определения относительного СКО выходного сигнала для модели 8800 Triple Quad (в режиме MC) считаются положительными, если ни одно из значений не превышает 4,0 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки спектрометров оформляется протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Б.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

7.4. При отрицательных результатах поверки применение спектрометра запрещается, и выдается извещение о непригодности.

² применяя программное обеспечение спектрометра или другие вычислительные средства (например электронные таблицы EXCEL).

Методика приготовления поверочного раствора.

А.1. Приготовление поверочного раствора

А.1.2. Приготовление промежуточного многоэлементного раствора:

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вводят по 1 см³ растворов ГСО³ лития, стронция и висмута, доводят до метки водой и перемешивают.

1 дм³ раствора содержит по 1 мг лития, стронция и висмута

А.1.3. Приготовление поверочного раствора:

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вводят 10 см³ промежуточного многоэлементного раствора, 10 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 дм³ раствора содержит по 10 мкг лития, стронция и висмута.

³ При массовой концентрации элемента в ГСО равной 1 г/дм³.

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол поверки масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой

модель _____ зав. № _____

1. Принадлежит _____ ИНН _____

2. Условия поверки _____

3. Средства поверки _____

(тип и номер набора, номер свид-ва о поверке)

4. Наименование документа, по которому проведена поверка _____

5. Опробование и проверка соответствия ПО _____

6. Определение метрологических характеристик:

а) Чувствительность _____

б) Относительное СКО выходного сигнала _____

Заключение по результатам поверки: спектрометр удовлетворяет/ не удовлетворяет требованиям методики поверки.

Поверку проводил, должность _____