

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.п.

«14» декабря 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Масс-спектрометры изотопные IsotopX Phoenix

Методика поверки

МП-242-2428-2022

Руководитель
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области фи-
зико-химических измерений

А.В. Колобова

«14» декабря 2022 г.

Разработчик:
Старший научный сотрудник

Я.К. Чубченко

«14» декабря 2022 г.

г. Санкт-Петербург
2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры изотопные IsotopX Phoenix (далее – масс-спектрометры), и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методикой поверки обеспечивается прослеживаемость к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе спектральных методов;

ГЭТ 208-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов, отдельных автономных блоков из состава средства измерений, на меньшем числе поддиапазонов измерений и на меньшем числе величин.

2 Перечень операций поверки средств измерений

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

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Внешний осмотр | да | да | 7 |
| Контроль условий (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | да | да | 8.1.7 |
| Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | да | да | 8 |
| Проверка программного обеспечения средства измерений | да | да | 9 |
| Определение метрологических характеристик | да | да | 10 |

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Подтверждение соответствия метрологическим требованиям | да | да | 11 |

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

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды: от +15 °С до +25 °С;
- атмосферное давление: от 84 до 107 кПа;
- относительная влажность воздуха: не более 80 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с масс-спектрометром и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 15624-75, ГОСТ Р 8.795-2012, эксплуатационной документацией поверяемых масс-спектрометров и эталонных средств измерений, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|---|
| п. 7.1.7 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от -10 °С до +60 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,4$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 95 % с погрешностью ± 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1200 гПа с абсолютной погрешностью ± 5 гПа | Прибор комбинированный Testo-622, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13 |

| | | |
|---|---------------------------------|---|
| п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений | Диапазон массовых чисел, а.е.м. | ГСО 9885-2011 СО изотопного состава карбоната стронция (SRM 987), ГСО 7541-99 СО изотопного состава урана, ГОСТ 58144-2018 Вода дистиллированная, ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты ГОСТ 25336-82 Колба мерная 1000 см ³ ГОСТ 29227-91 Пипетки градуированные |
| Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице | | |

5.3. Средства измерений, используемые при поверке, в соответствии с частью 1 статьи 9 Федерального закона № 102-ФЗ должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методик поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, в соответствии с частью 2 статьи 8 Федерального закона № 102-ФЗ должны быть утвержденного типа и соответствовать требованиям методик поверки.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

6.1.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации на масс-спектрометры.

6.1.2 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.1.3 Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должны превышать значений, приведенных в ГОСТ 12.1.005-88.

6.2 При работе с масс-спектрометрами необходимо соблюдать требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие масс-спектрометра следующим требованиям:

- комплектность масс-спектрометра соответствует требованиям РЭ (при первичной поверке до ввода в эксплуатацию);
- отсутствуют внешние повреждения, влияющие на работоспособность и безопасность;
- органы управления, разъемы, штуцера, соединительные провода и кабели исправны;
- надписи и маркировка на корпусе масс-спектрометра четкие, соответствующие РЭ;
- наличие, целостность и расположение наклеек, защищающих доступ к элементам конструкции масс-спектрометра, согласно описанию типа.

7.2 Масс-спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

8.1.1 Подготавливают масс-спектрометр и средства поверки к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

8.1.2 Проверяют наличие и сроки действия паспортов на ГСО.

8.1.3 Готовят тестовые растворы.

8.1.3.1 Раствор №1: В чистую фторопластовую или пропиленовую посуду наливается дистиллированная вода и добавляется аликвота стандартного раствора ГСО 9885-2011. Аликвота рассчитывается таким образом, чтобы массовая концентрация ионов Sr в тестовом растворе составляла 0,25 мг/л.

8.1.3.2 Раствор №2: На лабораторных весах взвешивают 0,1 г ГСО 7541-99. Навеску растворяют в 10 см³ концентрированной азотной кислоты (кв.ОЧ) и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Затем раствор в колбе доводят до метки тридистиллированной водой. Раствор перемешивают. Массовая концентрация ионов урана в полученном растворе составляет 100 мг/дм³.

8.1.4 Запускают программное обеспечение масс-спектрометра, включают высокое напряжение.

8.1.5 Устанавливают магнит на массу ⁸⁸Sr и прогревают прибор в течение двух часов.

8.1.6 Включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.1.7 Контроль условий поверки выполняется путём сравнения показаний средств поверки, указанных в п. 5.1 с требованиями, указанными в п. 3.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверка общего функционирования

Проверку общего функционирования масс-спектрометров (отсутствие аварийной индикации, отсутствие видимого накала ионизационных лент) проводят в процессе тестирования при их включении в соответствии с эксплуатационной документацией.

Результаты проверки считают положительными, если все технические тесты завершились успешно.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения (ПО).

Вывод номера версии (идентификационного номера) встроенного ПО осуществляется:

- посредством отображения на дисплее масс-спектрометра, на главном экране.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение разрешающей способности R

Добиться стабильного ионного тока по любому выбранному изотопу массой M. Просканировать диапазон M-0,5...M+0,5 количеством шагов не менее 100 и временем интеграции на каждом шаге не менее 0,1 секунды. Вывести полученный спектр на печать. Значение разрешающей способности R рассчитывается по формуле:

$$R = M/\Delta M, \quad (1)$$

где M – масса выбранного изотопа, ΔM – ширина пика в массовых числах на высоте 10 % от максимальной интенсивности.

Полученное значение разрешающей способности R должно быть не менее 460.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности

Нанести аликвоты тестового раствора № 1 (п. 8.1.3.1) на тугоплавкие ленты, не менее 10 штук.

В программном обеспечении прибора составить и запустить алгоритм измерения изотопного отношения $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ с внутренней нормализацией по изотопному отношению $^{88}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ для коррекции фракционирования. Провести 10 измерений с использованием одного и того же тестового раствора.

Результаты определения признают положительным, если предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности, не превышает 0,0005 %.

10.3 Определение основной погрешности измерений отношения изотопов $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$

В программном обеспечении прибора составить и запустить алгоритм измерения изотопного отношения $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$. Нанести контрольный раствор № 2 (п. 8.1.3.2) на тугоплавкую ленту таким образом, чтобы интенсивность сигналов изотопов ^{235}U и ^{238}U была не менее 3 В. Выполнить 10 измерений.

Значение основной погрешности Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = |I_{\text{изм}} - I_{\text{ист}}|, \quad (2)$$

где $I_{\text{ист}}$ – значение $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$, указанное в паспорте ГСО;

$I_{\text{изм}}$ – измеренное значение $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$.

Результаты определения признают положительным, если значение основной погрешности Δ не превышает 0,01.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Масс-спектрометры признают соответствующими метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, а результаты проверок по пп. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа масс-спектрометров.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

12.2 Масс-спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению. При отрицательных результатах масс-спектрометры не допускают к применению.

12.3 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Протокол поверки масс-спектрометров изотопных IsotopX Phoenix

Наименование СИ _____ модификация _____

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Регистрационный номер _____

Заказчик _____

Серия и номер клейма предыдущей поверки: _____

Дата предыдущей поверки: _____

Методика поверки: _____

Основные средства поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

| Операция поверки | Пункт методики поверки | Допускаемое значение параметра | Установленное значение параметра |
|--|------------------------|---|----------------------------------|
| 1. Внешний осмотр | 7 | в соответствии с 7 | |
| 2. Опробование | 8 | в соответствии с 8 | |
| 3. Подтверждение соответствия программного обеспечения | 9 | Идентификационное наименование IsoLinx, номер версии ПО не ниже 1.1.3 | |
| 4. Определение метрологических характеристик: | 10 | | |
| Относительное СКО выходных сигналов, %, не более | 10.2 | 0,0005 | |
| Пределы допускаемой погрешности измерений отношения изотопов $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ | 10.3 | ±0,01 | |

Заключение: на основании результатов первичной (или периодической) поверки масс-спектрометры признаны соответствующими (не соответствующими) установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодны (не пригодны) к применению.

Поверитель: _____

Дата поверки: _____