

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

А.А. Клоков

10 2025 г.



**ГСИ. Масс-спектрометры
с индуктивно-связанной плазмой iCAP RQplus
Методика поверки**

МП КРТ-06-2025

Москва

2025

Государственная система обеспечения единства измерений	
Масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой iCAP RQplus	МП КРТ-06-2025
Методика поверки	

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой iCAP RQplus (далее – масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка масс-спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость масс-спектрометров к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 г. № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 г. № 761.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом косвенных измерений.

1.3 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 требования к масс-спектрометрам

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее:	
⁷ Li	15·10 ⁶
¹¹⁵ In	175·10 ⁶
²⁰⁰ Bi	150·10 ⁶
Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала ¹⁾ , %, не более	2,5
Уровень фоновых сигнала на массе 220,5 а.е.м., имп/с, не более	5,0
Разрешающая способность на 10 % высоты пика, а.е.м., не более	0,85
¹⁾ При n=5 и концентрации контрольных элементов (Li, In, Bi), равной 1 мкг/л	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Росстандарта 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 Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»;

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия;

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;
 ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой;
 ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования;
 ГОСТ 11125-84 Кислота азотная высокой чистоты. Технические условия.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, масс-спектрометр бракуется, и выполняются операции по п. 12.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не предусмотрено.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +30;
- относительная влажность воздуха (без конденсации), %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке масс-спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с масс-спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в 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
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерения	Диапазоны измерений: относительной влажности от 10 % до 95 %, температуры от +15 °С до +30 °С, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0$ %, по каналу температуры $\pm 0,4$ °С	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерения	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов лития от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы состава раствора ионов лития, ГСО 7780-2000
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов индия от 0,95 до 1,06 мг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,8$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы состава раствора ионов индия, ГСО 11123-2018
	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов висмута от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы состава раствора ионов висмута, ГСО 7477-98
	Меры объема – колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770	
	Меры объема – пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227	
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	
	Азотная кислота, «о.ч.» по ГОСТ 11125	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида масс-спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;

- отсутствие видимых повреждений масс-спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ, четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре масс-спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Масс-спектрометр подготовить к работе, провести тестирование в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению. Приготовить контрольный раствор ионов Li, In, Bi с концентрациями 0,001 мг/дм³ в соответствии с Приложением А.

Провести пробную процедуру измерения. Убедиться, что масс-спектрометр функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения масс-спектрометра.

9.3 Опробование

9.3.1. Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного в соответствии с таблицей 3.

9.3.2 Определение разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика.

Разрешающую способность на уровне 10 % высоты пика определить при анализе контрольного раствора в стандартном режиме в автоматическом режиме работы масс-спектрометра.

9.3.3 Определение чувствительности

Провести 5 параллельных определений интенсивности изотопов ⁷Li, ¹¹⁵In, ²⁰⁹Bi. Чувствительность по каждому изотопу рассчитать 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/см³.

9.3.4 Определение уровня фонового сигнала на массе 220,5 а.е.м.

Провести 5 параллельных определений интенсивности на массе 220,5 а.е.м. Вычислить среднее арифметическое значение интенсивности сигнала.

9.3.5 Результаты операции поверки считают положительными, если полученные значения разрешающей способности на уровне 10 % высоты пика, чувствительности и уровня фонового сигнала на массе 220,5 а.е.м., полученные по п.п. 9.3.2, 9.3.3, 9.3.4, соответствуют значениям, приведенным в таблице 1.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных метрологически значимой части ПО масс-спектрометра. Идентификационные данные метрологически значимой части ПО выводятся при обращении к подпункту меню масс-спектрометра «About». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4. Общий вид окна ПО масс-спектрометра, при обращении к подпункту меню «About», приведен на рисунке 1.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	Qtegra
Номер версии ПО	не ниже 2.22.6087.102

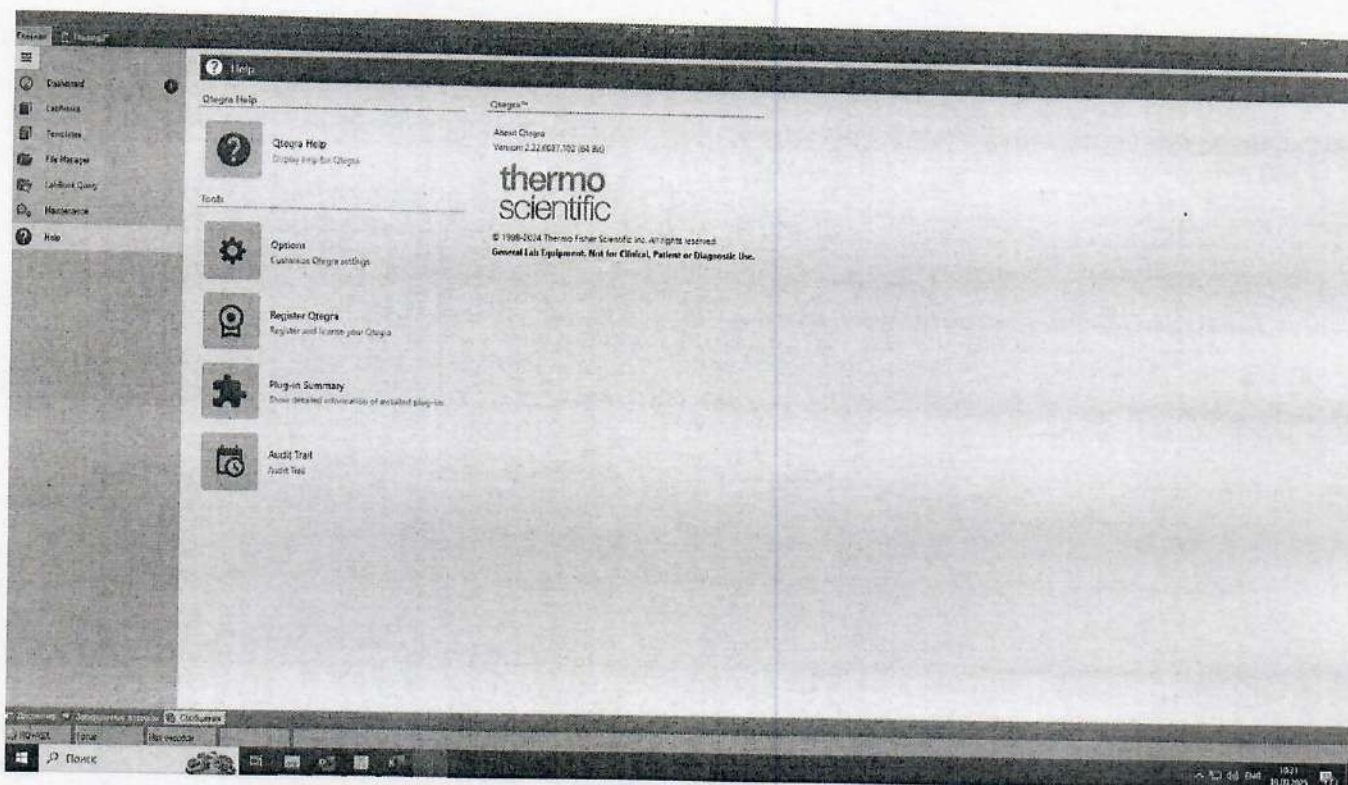


Рисунок 1 - Общий вид окна ПО масс-спектрометра при обращении к подпункту меню «About»

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

Определение относительного среднеквадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

На основании полученных по п.9.3.3 результатов интенсивности выходного сигнала рассчитать относительное СКО выходного сигнала, σ , %, применяя программное обеспечение масс-спектрометра либо по формуле:

$$\sigma = \frac{100}{X} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где X – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, имп/с;
 n – число измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать предела, приведенного в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

12.2 Положительные результаты оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

12.3 Нанесение знака поверки на масс-спектрометр и пломбирование не предусмотрено.

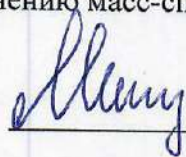
12.4 При отрицательных результатах поверки масс-спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

12.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

12.6 По заявлению владельца масс-спектрометра или лица, представившего масс-спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению масс-спектрометра.

Разработчик

Инженер по метрологии ООО «ЦМС КАРТЕСТ»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе метода последовательного разбавления ГСО

А.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов лития, индия и висмута 10 мг/дм^3 (раствор А).

В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой внести по 1 см^3 стандартных образцов раствора ионов ГСО 7780-2000, ГСО 11123-2018, ГСО 7477-98, 1 см^3 азотной кислоты, довести до метки дистиллированной водой, тщательно перемешать.

А.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов лития, индия и висмута $0,1 \text{ мг/дм}^3$ (раствор Б).

В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой внести 1 см^3 раствора А, приготовленного по п.А.1, 3 см^3 азотной кислоты, довести до метки дистиллированной водой, тщательно перемешать.

А.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов лития, индия и висмута $0,001 \text{ мг/дм}^3$.

В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой внести 1 см^3 раствора Б, приготовленного по А.2, 3 см^3 азотной кислоты, довести до метки дистиллированной водой, тщательно перемешать.

А.4 Контрольные растворы на основе разбавления ГСО применять для поверки масс-спектрометра только в день приготовления.