

**УТВЕРЖДАЮ**  
**Заместитель директора ФГУП "ВНИИМС"**



**В.Н. Яншин**

*10 ноября*

**2014 г.**

**Масс-спектрометры изотопные  
модели Delta V Advantage, Delta V Plus, MAT 253**

**Методика поверки**

**Москва 2014 г.**

Настоящая инструкция распространяется на масс-спектрометры изотопные модели Delta V Advantage, Delta V Plus, MAT 253 фирмы "Thermo Fisher Scientific (Bremen) GmbH", Германия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	+	+
Опробование	6.2	+	+
Определение метрологических характеристик	6.3		
- определение разрешающей способности	6.3.1	+	+
- определение относительного СКО выходного сигнала	6.3.2	+	+
- определение чувствительности <sup>1</sup>	6.3.3	+	+

<sup>1)</sup> выполняют для приборов, оснащенных двойной системой напуска газа

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

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средствам; метрологические характеристики
1	Азот высшего сорта по ГОСТ 9293-74.
2	Двуокись углерода высшего сорта по ГОСТ 8050-85.
3	Водород высшего сорта по ГОСТ Р 51673-2000.
4	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 215-73, диапазон измерения (0-50)°С, цена деления 0,1°С.
5	Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79.
6	Психрометр аспирационный МБ-4М, ГОСТ 6353-52, диапазон измерений относительной влажности (10-100)%.

При проведении поверки допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, обеспечивающих установление проверяемых характеристик с заданными метрологическими характеристиками.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать положениям, изложенным в руководстве по эксплуатации масс-спектрометров.

3.2 При работе с масс-спектрометрами соблюдают "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей" и "Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором.

3.3 При работе с газами в баллонах под давлением соблюдают "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением", утвержденные Госгортехнадзором.

3.4 При проведении поверки не допускается сброс газов из баллонов под давлением в воздух рабочего помещения.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C	от 15 до 25;
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80;
- напряжение питания переменного тока, В	220 <sup>(+15)</sup> <sub>-10</sub> %;
- частота переменного тока, Гц	от 49 до 51.

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

– масс-спектрометры подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям технической документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографов и детекторов;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели.

#### 6.2 Опробование

Опробование прибора выполняется в автоматическом режиме.

Включают питание прибора. После включения питания происходит автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения анализатора. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

#### 6.3 Определение метрологических характеристик

##### 6.3.1 Определение разрешающей способности

Газовую линию от баллона с CO<sub>2</sub> присоединяют к входному штуцеру системы. Давление в газовой линии на выходе редуктора должно быть не более 0,5 атм. Напускают в систему газ.

Регистрируют масс-спектр. Рассчитывают разрешающую способность на уровне 10% от максимальной интенсивности пиков масс-спектра по следующей формуле

$$R = 44 / \Delta M ,$$

где  $\Delta M$  – ширина пика  $m/z = 44$  на уровне 10% от максимальной интенсивности.

Масс-спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3.1 если значение разрешающей способности составляет не менее 95 для моделей Delta V Advantage, Delta V Plus и не менее 200 для модели MAT 253.

### 6.3.2 Определение относительного СКО выходного сигнала

Газовую линию от редукторов баллонов присоединяют к устройству ввода пробы. Устанавливают давление в линиях не более 2 атм. Перечень устройств ввода пробы и используемые для проверки газы указаны в таблице 3.

Таблица 3

Наименование системы напуска	Наименование применяемых газов
Двойная система напуска газа (Dual Inlet)	Диоксид углерода Азот Водород Кислород
Элементный анализатор (EA-ConFlo) Пиролизатор (EA-TC)	Диоксид углерода Азот Водород Оксид углерода (II)
Универсальный газовый интерфейс "GasBench"	Диоксид углерода Азот Водород
Уравновешиватель "HDO-Эквилибратор"	Диоксид углерода Азот Водород
Хроматограф газовый + Преобразователь GC-CPII или GC Isolink	Диоксид углерода Азот Водород
Водородный интерфейс "H-Device"	Водород
Хроматограф жидкостный + Преобразователь LC Isolink	Диоксид углерода

Выполняют 10 измерений.

Рассчитывают СКО результатов измерений по формуле

$$S_k = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{ki} - \bar{C}_k)^2}{n-1}},$$

где  $C_{ki}$  –  $i$ -тый результат измерений изотопного сдвига для  $k$ -го газа;

$\bar{C}_k$  – среднее значение результатов измерений изотопных сдвигов;

$n$  – количество единичных измерений ( $n = 10$ ).

Масс-спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3.2, если СКО не превышают значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование системы ввода	СКО выходного сигнала, ‰
Двойная система напуска газа (Dual Inlet)	
CO <sub>2</sub> ( <sup>13</sup> C) <sup>(1)</sup>	
модели Delta V Advantage, модели Delta V Plus	0,02
модель MAT 253	0,02
CO <sub>2</sub> ( <sup>18</sup> O) <sup>(1)</sup>	
модели Delta V Advantage, модели Delta V Plus	0,03
модель MAT 253	0,03
H <sub>2</sub> (D/H) <sup>(3)</sup>	0,2
элементный анализатор (EA-ConFlo)	
CO <sub>2</sub> ( <sup>13</sup> C) <sup>(1)</sup>	0,06
N <sub>2</sub> ( <sup>15</sup> N) <sup>(2)</sup>	0,06
пиролизатор (EA-TC)	
H <sub>2</sub> (D/H) <sup>(3)</sup>	0,4
CO ( <sup>18</sup> O) <sup>(4)</sup>	0,4
универсальный газовый интерфейс "GasBench"	
CO <sub>2</sub> ( <sup>13</sup> C) <sup>(1)</sup>	0,08
CO <sub>2</sub> ( <sup>18</sup> O) <sup>(1)</sup>	0,08
H <sub>2</sub> (D/H) <sup>(3)</sup>	0,3
хроматограф газовый – преобразователь GC-CIII или GC Isolink	
CO <sub>2</sub> ( <sup>13</sup> C) <sup>(1)</sup>	0,1
N <sub>2</sub> ( <sup>15</sup> N) <sup>(2)</sup>	0,1
H <sub>2</sub> (D/H) <sup>(3)</sup>	0,5
водородный интерфейс "H-Device".	
H <sub>2</sub> (D/H) <sup>(3)</sup>	0,5
хроматограф жидкостный – преобразователь LC Isolink	
CO <sub>2</sub> ( <sup>13</sup> C) <sup>(1)</sup>	0,3

Примечание к таблице 4.

Условное обозначение применяемого газа:

(1) диоксид углерода;

(2) азот;

(3) водород;

(4) оксид углерода.

### 6.3.3 Определение чувствительности<sup>1</sup>

Определение чувствительности выполняют для приборов, оснащенных двойной системой напуска газа.

Газовую линию от баллона с CO<sub>2</sub> присоединяют к входному штуцеру двойной системы напуска. Давление в газовой линии на выходе редуктора должно быть не более 0,5 атм. Проверка чувствительности выполняется в автоматическом режиме. Для запуска процедуры необходимо активировать команду "Absolute Sensitivity" в программе управления масс-спектрометром и выполнять появляющиеся на экране команды. Масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.3 если абсолютная чувствительность не более: 1200 молекул/ион – для Delta V Advantage, 800 молекул/ион – для Delta V Plus, 600 молекул/ион – для MAT 253.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки масс-спектрометров заносят в протокол (Приложение 1).

7.2 Положительные результаты поверки масс-спектрометров оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

7.3 Масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускают. Масс-спектрометры изымают из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

7.4 После ремонта масс-спектрометры подвергают поверке.

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС"



О.Л. Рутенберг

---

<sup>1</sup>Выполняется только для приборов, оснащенных двойной системой напуска газа.

## Приложение 1

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемое средство измерений: масс-спектрометр \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_,  
выпущенный (отремонтированный) \_\_\_\_\_  
(дата выпуска или ремонта)

\_\_\_\_\_  
(предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

принадлежащий \_\_\_\_\_

2. Средства поверки: в соответствии с Таблицей 2.

3. Результаты поверки:

Таблица 1

Операция поверки	Допускаемое значение параметра	Установленное значение параметра	Заключение пригодности прибора (годен, не годен)
1. Внешний осмотр, проверка комплектности, опробование	визуально		
2. Определение разрешающей способности	в соответствии с п.6.3.1		
3. Определение СКО выходного сигнала.	в соответствии с таблицей 4		
4. Определение чувствительности	в соответствии с п. 6.3.3		

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_