

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Н.И.Ханов

25 октября 2013 г.

**Масс-спектрометры
моделей**

ЭМГ-20-8 и ЭМГ-20-9

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1646-2013

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

М.А.Мешалкин

Санкт — Петербург
2013

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры моделей ЭМГ-20-8 и ЭМГ-20-9 и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до 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 выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

N п/ п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность Проведения	
			при вводе в эксплуатацию	при эксплуатации и после ремонта
1.	Подготовка к поверке	5	да	да
2.	Внешний осмотр и опробование	6.1	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.3	да	да ¹⁾

2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки используются следующие средства:

- стандартные образцы - поверочные газовые смеси:
 - ГСО 3947-87 (водород/воздух),
 - ГСО 9738-2011 (диоксид углерода/азот);
- азот газообразный особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9293-74.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации масс-спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки.

Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих масс-спектрометр (под контролем поверителя).

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 4.1. Температура окружающего воздуха от +18 до +24°C.
- 4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°C) не более 80%.
- 4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.
- 4.4. Напряжение питания 220^{+22}_{-33} В.
- 4.5. Частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

5. Подготовка к поверке

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

Масс-спектрометр должен быть прогрет не менее 2-х часов.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- четкость маркировки и написания заводского номера

6.1.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Определение номера версии программного обеспечения.

6.2.1.1. Определение осуществляется следующим образом:

- в меню «start» запустить программу «Station». В главном окне программы «Station» в строке заголовка приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копии экрана приведены на рисунке 1.

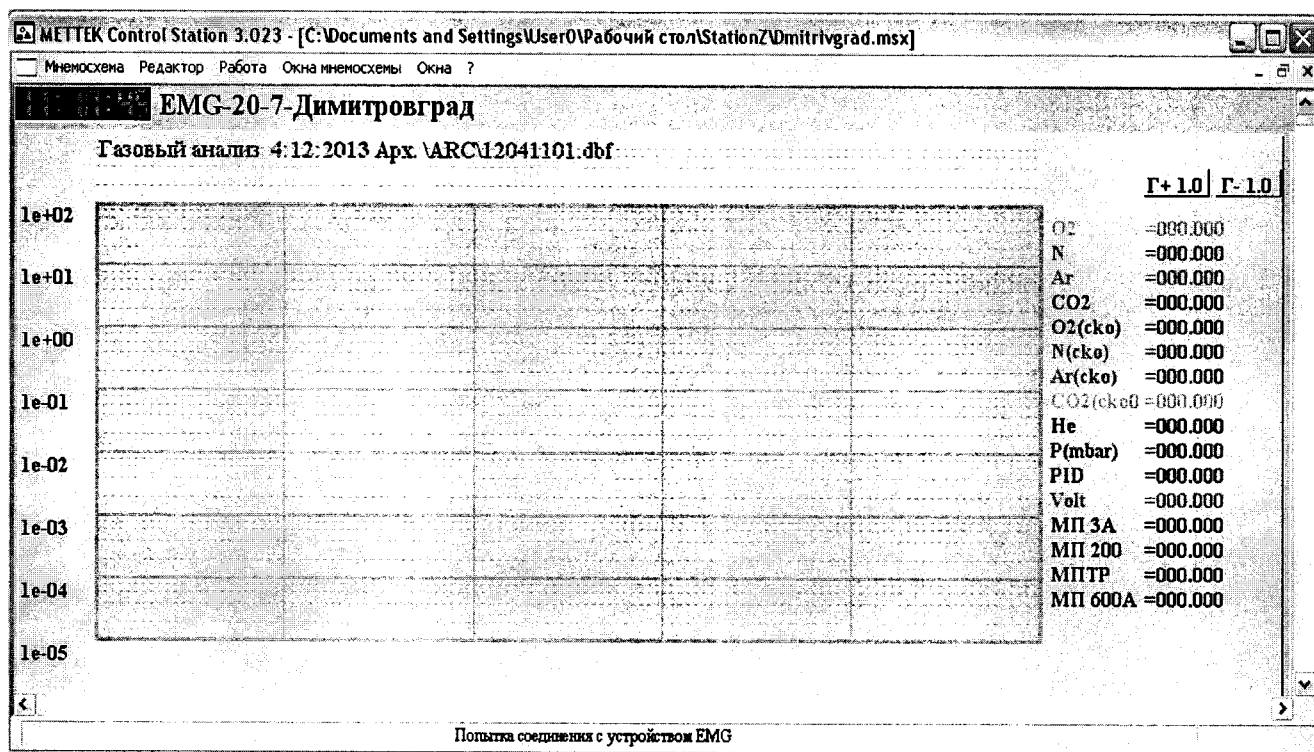


Рис.1. Окно с идентификационными данными программы «Station».

- подключить к масс-спектрометру монитор, включить масс-спектрометр. В главном окне программы «MG» в строке заголовка приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копии экрана приведены на рисунке 2.

"MG16BOC" Программа газового анализа. ЗАО "МЕТТЕК" Ver: 2.26 Jun 17 2013
 Результаты измерений и анализа [АВАРИЯ!] 0.0 | P 00.00e+00mbar | 11:19:46
 No 12 ИЗМЕРЕНИЯ? 12 Измерения 0 смесь: No Data?
 No <- НУЛИ
 No <- ФОН
 No <- ФОН на смеси

Yes
 No

Tompson No
 02-II No
 N2+CO2 No
 02-I No
 Резерв No
 Вход No
 Выход No
 Компрес No

Имя	m(N)	6(N)	NF	NFM	NKW	NKW/SL	m(C)	6(C)
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

F1 F2 F3 F4 F5 F6 F7 F8
 КАЛИБРОВКИ СИСТЕМА ИСТОЧНИКИ НАСТРОЙКИ СВЯЗЬ
 регистр. ПИТАНИЯ

Рис.2. Окно с идентификационными данными программы «MG».

6.2.2.2. Масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии ПО «Station» - 3.018 или выше и номер версии ПО «MG» для масс-спектрометров ЭМГ-20-8 - 2.23 или выше, а для масс-спектрометров ЭМГ-20-9 - 4.208 или выше.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение предела обнаружения диоксида углерода.

6.3.1.1. Определение СКО интенсивности фонового сигнала.

6.3.1.1.1. Присоединить газовую линию от баллона с азотом газообразным особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9293-74 к входному штуцеру масс-спектрометра; давление газовой смеси на выходе редуктора должно быть 1 атм.

С помощью ротаметра отрегулировать расход газовой смеси, который должен составлять около 0,5 л/мин.

6.3.1.1.2. Измерить интенсивность фона на месте линии диоксида углерода ($M/z = 44$). Измерения повторить еще 10 раз. Интервал между измерениями не менее 1 минуты.

6.3.1.1.3. По данным, полученным в п.6.3.1.1.2 рассчитать СКО интенсивности фонового сигнала ($S_{\text{фона}}$) по формуле:

$$S_{\text{фона}} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}} \quad (1)$$

N – среднее арифметическое результатов n - измерений интенсивности фона;

N_k – k -е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.3.1.2. Определение интенсивности линии диоксида углерода.

6.3.1.2.1. Присоединить газовую линию от баллона с газовой смесью ГСО 9738-2011 диоксид углерода/азот (ГСО 9738-2011) к входному штуцеру масс-спектрометра, давление газовой смеси на выходе редуктора должно быть 1 атм.

С помощью ротаметра отрегулировать расход газовой смеси, который должен составлять около 0,5 л/мин.

6.3.1.2.2. До начала измерений контролировать ход процесса по диаграмме газового анализа, отображаемой на мониторе управляющего компьютера. Зафиксировать время выхода сигнала диоксида углерода от нулевого значения на постоянной уровень, что соответствует окончанию процесса промывки системы ввода пробы масс-спектрометра.

6.3.1.2.3. Измерить интенсивность линии диоксида углерода ($M/z = 44$) 10 раз. Интервал между измерениями не менее 1 минуты. Рассчитать среднее арифметическое значение.

6.3.1.2.4. Рассчитать предел обнаружения по формуле:

$$C_{\text{пр}} = 3 \times S_{\text{фона}} \times \frac{C_{\text{пробы}}}{N_{\text{пробы}} - N} \quad (2)$$

где: $S_{\text{фона}}$ - стандартное отклонение интенсивности фона;

$C_{\text{пробы}}$ - объемная доля диоксида углерода, %;

$N_{\text{пробы}}$ - интенсивность сигнала на линии диоксида углерода (среднее по 10 измерениям);

N - интенсивность сигнала фона (среднее по 10 измерениям);

6.3.1.2.5. Масс-спектрометр считается выдержавшим испытание по 6.3.1, если значение предела обнаружения объемной доли диоксида углерода не более 5×10^{-5} % для модели ЭМГ-20-8 и не более 5×10^{-4} % для модели ЭМГ-20-9.

6.3.2. Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.2.1. Присоединить газовую линию от баллона с газовой смесью ГСО 3947-87 (водород/воздух) к входному штуцеру масс-спектрометра, давление газовой смеси на выходе редуктора должно быть 1 атм.

С помощью ротаметра отрегулировать расход газовой смеси, который должен составлять около 0,5 л/мин.

6.3.2.2. До начала измерений контролировать ход процесса по диаграмме газового анализа, отображаемой на мониторе управляющего компьютера. Зафиксировать время выхода сигнала водорода от нулевого значения на постоянной уровень, что соответствует окончанию процесса промывки системы ввода пробы масс-спектрометра.

6.3.2.3. Измерить интенсивность линии водорода ($M/z = 2$) 10 раз. Интервал между измерениями не менее 1 минуты.

6.3.2.4. Используя данные, полученные при выполнении п. 6.3.2.3, рассчитать относительное СКО выходного сигнала по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}}, \% \quad (3)$$

6.3.2.5. Для расчета СКО может быть использовано программное обеспечение масс-спектрометра или электронные таблицы EXCEL.

6.3.2.6. Масс-спектрометр считают выдержавшим поверку по п. 6.3.2, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 5,0 %.

7. Оформление результатов поверки

7.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении А.

7.2. Масс-спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

ПРОТОКОЛ

Масс-спектрометр модель _____ ЗАВ.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по :

Методике поверки _____

Средства поверки _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность окружающего воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

Определение метрологических характеристик

Наименование характеристики	Результат определения
Предел обнаружения оксида углерода, %:	
Относительное СКО выходного сигнала, %	

Выводы: _____
(прибор соответствует / не соответствует требованиям методики поверки).

Поверитель _____ Дата _____