



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО
Заместитель генерального директора



С.А. Денисенко

М.п.

«25» 08 2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометр MAX300-RTG™2.0

Методика поверки

РТ-МП-1028-205-2025

г. Москва
2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометр MAX300-RTG™2.0, изготовленный фирмой «Extrel CMS», Соединенные Штаты Америки, устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

Прослеживаемость поверяемого СИ реализуется посредством применения ГСО к единице молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах, в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - косвенный.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Разрешающая способность (детектор Фарадея), M/ΔM на уровне 5 % от максимальной интенсивности пика m/z 28, не менее	20
Предел допускаемого значения СКО выходного сигнала, молярная доля, %	
N ₂ (28)*	0,2
O ₂ (32)*	0,04
* - с использованием детектора Фарадея.	

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции проверки	Обязательность проведения операции при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в со- ответствии с которым выполняется операция
	первой проверке	периодической проверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к проверке средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Опробование средства измерений: - определение разрешающей способности масс-спектрометра	Да	Да ¹⁾	10.2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик: - определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала - определение показателей точности результатов измерений	Да	Да ¹⁾	11.1
	Нет	Да ²⁾	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	12
Оформление результатов поверки	Да	Да	13

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдаают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +12 до +40;
 - относительная влажность, % от 30 до 90;
 - атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются сотрудники юридического лица или индивидуальные предприниматели, аккредитованные в соответствии с Федеральным Законом РФ от 28.12.2013 г. № 412-ФЗ на проведение поверки средств измерений.

4.2 Специалист, осуществляющий поверку, должен изучить настоящую методику поверки, ознакомиться с эксплуатационной документацией на поверяемое средство измерений.

4.3 К операциям, выполняемым непосредственно с масс-спектрометром по месту эксплуатации (включение, управление, подключение и переключение коммуникаций, подключение баллонов с ПГС и прочее), допускаются сервис-инженеры или операторы, обслуживающие СИ и имеющие допуск к выполнению работ, под непосредственным контролем поверителя.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Номер раздела (пункта) методики	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8, 10-11	Средства измерений температуры в диапазоне от плюс 12 °C до плюс 40 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ±3 кПа	Прибор комбинированный TESTO мод. 622, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
10-11	ГСО состава кислорода в азоте, соответствующий требованиям к рабочим эталонам 2-го разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, молярная (объемная) доля кислорода от 1 % до 3 % (смесь Б)	ГСО 12343-2023
	ГСО состава кислорода в азоте, соответствующий требованиям к рабочим эталонам 2-го разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, молярная (объемная) доля кислорода от 19 % до 20,5 % (смесь А)	ГСО 12343-2023
	Гелий газообразный высокой чистоты, марки 5 содержание основного вещества не менее 99,999 %, ТУ 0271-001-45905715-02 (с изм.1, 2)	Гелий газообразный высокой чистоты, марки 5, по ТУ 0271-001-45905715-02 (с изм.1, 2)
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и проверенные средства измерений, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого СИ с требуемой точностью.		

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Поверку масс-спектрометра проводят с соблюдением условий безопасной работы в соответствии с требованиями эксплуатационной документации и правилами промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением, утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. N 536.

6.2 Все составные части масс-спектрометра, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены.

6.3 При работе с кислородом, проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры пожарной безопасности и правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем в соответствии со спецификой применяемых веществ. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности масс-спектрометра требованиям эксплуатационной документации;
- исправность механизмов и крепежных соединений;
- четкость маркировки.

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

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средства измерений, проводят контроль условий окружающей среды: определяют температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды фиксируют в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2.1 Поверяемый масс-спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее РЭ).

8.2.2 Средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

8.2.3 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

8.2.4 ГСО в баллонах выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 ч.

8.2.5 При проведении поверки масс-спектрометр отключают от анализируемого потока газа.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1 Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии программного обеспечения масс-спектрометра (ПО), указанной в описании типа. Наименование ПО и номер версии отображаются в главном меню при включении масс-спектрометра. Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Questor 5
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	3.44p2
Цифровой идентификатор ПО	-

9.2 Результаты операции поверки считаются положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Опробование масс-спектрометра выполняют в автоматическом режиме.

Включают компьютер и масс-спектрометр в соответствии с руководством по эксплуатации. После включения масс-спектрометра на нижней панели инструмента появится индикатор статуса прибора, который будет зеленым, если все режимные параметры прибора находятся в заданных для них пределах. Если какие-либо измеренные параметры прибора

выходят за заданные для них пороговые значения, индикатор будет красным, указывая на состояние «сбой». Если состояние прибора отражается серым (неокрашенным), это означает, что либо полный цикл измерений параметров прибора не был завершен, либо управляющий компьютер не был соединен с центральным процессором прибора.

Результаты опробования считаются положительными, если индикатор статуса прибора будет окрашен в зеленый цвет.

10.2 При опробовании определяют разрешающую способность

10.2.1 Газовую линию от редуктора баллона присоединяют к устройству ввода калибровочного газа. Для подключения баллонов с поверочными газами к калибровочной панели рекомендуется использовать трубы из нержавеющей стали 316. Устанавливают давление в линиях не более 0,5 атм. Скорость подачи газа на вход масс-спектрометра устанавливают при помощи игольчатого вентиля – 250 см³/мин.

10.2.2 Разрешающую способность масс-спектрометра с детектором Фарадея и катодом 1 определяют, используя стандартный образец состава кислорода в азоте (смесь А). Значение рассчитывают по пику с массовым числом M=28.

Для регистрации интенсивности сигнала детектора Фарадея применяют аналоговое сканирование с интервалами 0,01 а.е.м. между массой 27,5 и 28,5 со временем интегрирования 50 мс.

Измеряют ширину пика на уровне 5 % от его максимальной интенсивности (высоты). Рассчитывают разрешающую способность (R) на уровне 5 % высоты пика компонента с массовым числом M = 28 по формуле (1)

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

где ΔM – ширина пика определяемого компонента на уровне 5 % от его максимальной интенсивности.

10.2.3 Операции, приведенные в 10.2.2, повторяют при включении катода 2.

Масс-спектрометр считается прошедшим поверку по 10.2.2, если полученные значения разрешающей способности удовлетворяют требованию $R \geq 20$.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Определение среднеквадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

Перед определением СКО выходного сигнала проводят калибровку масс-спектрометра.

11.1.1 Калибровка масс-спектрометра

Калибровку масс-спектрометра с детектором Фарадея и катодами 1 и 2 по массовым числам M=28 и M=32 выполняют, используя стандартный образец состава кислорода в азоте (смесь А), для установления нулевых показаний применяют чистый гелий.

Значения молярной доли калибровочных газов в соответствии с паспортами на ГСО вносят в таблицы калибровочных смесей (Calibration Fragment).

11.1.2 Определение СКО выходного сигнала (молярной доли измеряемых компонентов)

Подсоединяют баллон со стандартным образцом состава кислорода в азоте (смесь Б) ко входу масс-спектрометра с детектором Фарадея и катодом 1. Проводят измерения содержания кислорода и азота в автоматическом режиме в соответствии с руководством по эксплуатации в течение 4 часов.

Операции повторяют при включении катода 2.

11.2 При проведении периодической поверки масс-спектрометра, эксплуатируемого по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

12.1 Среднее квадратическое отклонение результатов измерений молярной доли компонентов рассчитывают по формуле (2)

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

где C_{ki} – i-ый результат измерений молярной доли кислорода (m/z 32), азота (m/z 28), % (млн^{-1});

\bar{C}_k – среднее арифметическое значение результатов измерений молярной доли кислорода, азота, % (млн^{-1});

n – количество единичных измерений ($n > 60$).

12.2 Масс-спектрометр считается прошедшим поверку по п. 12.1, если значения СКО не превышают значений, указанных в таблице 1.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

13.1 Результаты поверки масс-спектрометра заносят в протокол произвольной формы.

13.2 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

При положительных результатах поверки допускается оформление свидетельства о поверке в случаях, предусмотренных действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

13.3 На масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин непригодности по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

13.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест»

С.В. Вихрова

Начальник сектора ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест», к.х.н.

О.Л. Рутенберг