

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»

М. п.



Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометры

ЭМГ-20-7


Методика поверки

МП-242-2041-2017

Руководитель отдела государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Л.А. Конопелько

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 М.А. Мешалкин

г. Санкт-Петербург

2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры ЭМГ-20-7 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- Операции поверки

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:

--СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-2) ГСО 10532-2014 (CO₂/N₂) с объемной долей диоксида углерода от 100 до 150 млн⁻¹; относительная погрешность не более ±20 %.

--СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) ГСО 10532-2014 (H₂/воздух) с объемной долей водорода от 0,5 до 2,0 %; относительная погрешность не более ±20 %.

- 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 и имеющие удостоверение поверителя.

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°С.

4.2. Относительная влажность окружающего воздуха 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 «ControlStation». В главном окне программы «Control Station» в строке заголовка приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копии экрана приведены на рисунке 1.

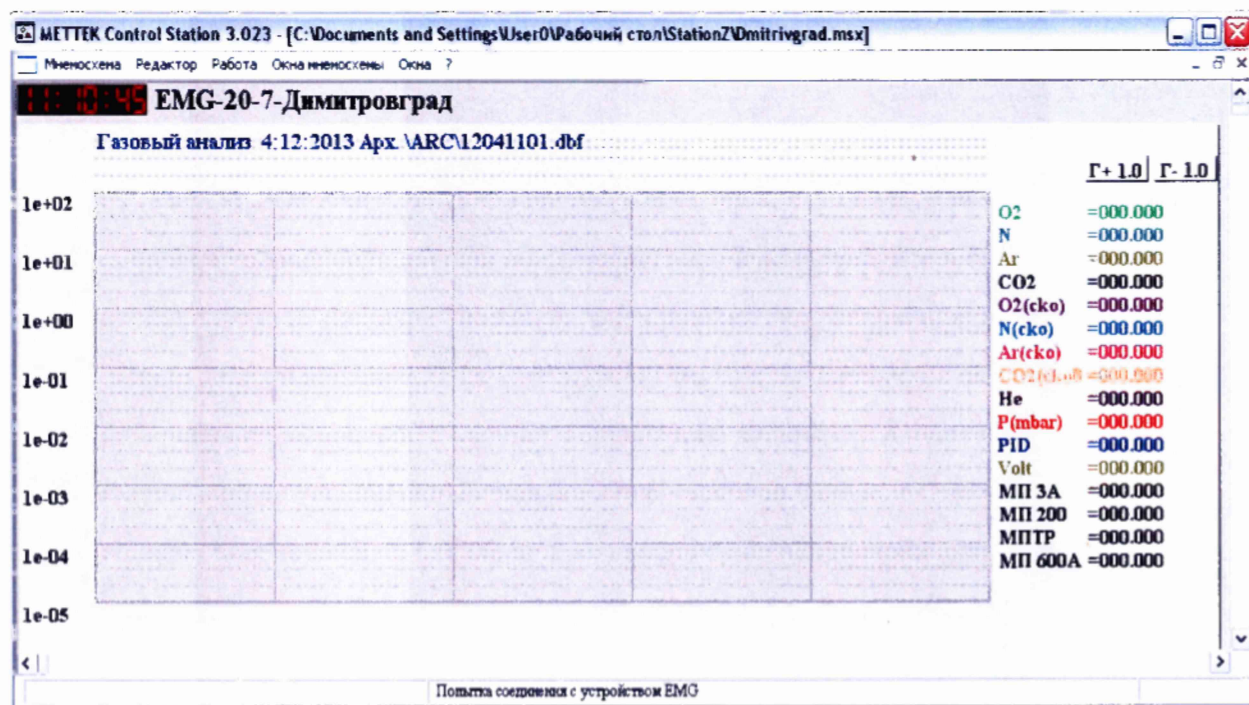


Рисунок 1 - Окно с идентификационными данными программы «ControlStation».

- подключить к масс-спектрометру монитор, включить масс-спектрометр. В главном окне программы «MG_16» в строке заголовка приведены идентификационное название ПО и

номер версии. Копии экрана приведены на рисунке 2.

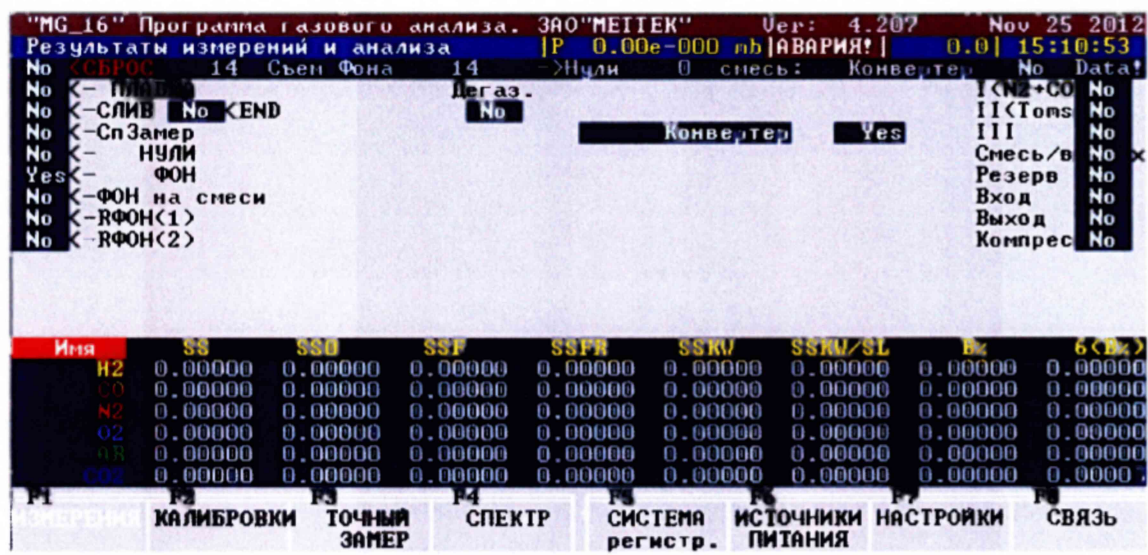


Рисунок 2 - Окно с идентификационными данными программы «MG_16».

6.2.2.2. Масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии ПО «ControlStation» - не ниже 3.023 и номер версии ПО «MG_16» не ниже 4.207.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение разрешающей способности

6.3.1.1. Присоединить газовую линию от баллона с газовой смесью диоксида углерода в азоте (CO₂/N₂) 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.

Прогреть масс-спектрометр не менее 60 минут.

Перевести прибор в режим повышенной чувствительности, а осциллограф – в режим накопления данных минимум по 16 проходам.

Провести запись масс-спектра азота. Пример масс-спектра азота показан на рисунке 3.

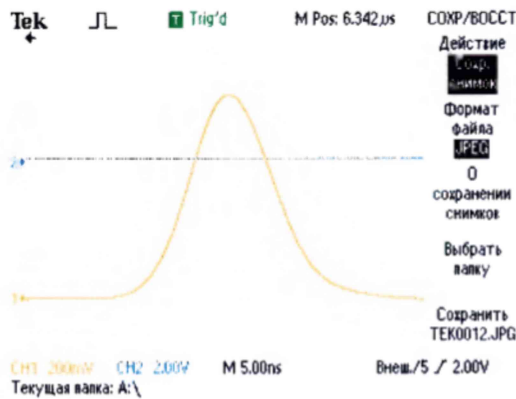


Рисунок 3 - Масс-спектр N₂

6.3.1.2. Рассчитать разрешающую способность для азота (N₂) на уровне 50 % максимальной интенсивности сигнала по следующей формуле:

$$\rho_M = M/\Delta M = t/2\Delta t$$

(1)

где: t – время регистрации иона массой M , относительно переднего фронта;

Δt – ширина пика на уровне 50 % от величины максимальной интенсивности сигнала.

6.3.1.3. Повторить пп 6.3.1.1. и 6.3.1.2. для диоксида углерода в азоте. При этом будет определяться разрешающая способность по масс-спектрам CO_2 и N_2 .

6.3.1.4. Масс-спектрометр считается выдержавшим испытание, если значения разрешающей способности не менее 150.

6.3.2. Определение предела обнаружения диоксида углерода.

6.3.2.1. Определение СКО интенсивности фонового сигнала.

6.3.2.1.1. 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.

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

6.3.2.1.3. По данным, полученным в п.6.3.2.1.2 рассчитать СКО интенсивности фонового сигнала ($S_{\text{фона}}$) по формуле:

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

N – среднее арифметическое результатов n - измерений интенсивности фона;

N_k – k -е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.3.2.2. Определение интенсивности линии диоксида углерода.

6.3.2.2.1. Присоединить газовую линию от баллона с газовой смесью диоксид углерода/азот (ГСО 10531-2014) 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.

6.3.2.2.2. 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.

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

6.3.2.2.4. Рассчитать предел обнаружения по формуле:

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

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);

6.3.2.2.5. Масс-спектрометр считается выдержавшим испытание по 6.3.2, если значение предела обнаружения объемной доли диоксида углерода не более 2×10^{-3} %.

6.3.3. Определение относительного СКО выходного сигнала

6.3.3.1. Присоединить газовую линию от баллона с газовой смесью ГСО 10532-2014

(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.

6.3.3.2. 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.

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

6.3.3.4. Используя данные, полученные при выполнении п. 6.3.3.3, рассчитать относительное СКО выходного сигнала по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}}, \% \quad (4)$$

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

6.3.3.6. Масс-спектрометр считают выдержавшим поверку по п. 6.3.3, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 5,0 %.

7. Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Масс-спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

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

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель масс-спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.