



**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»**

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель
генерального директора
АО «НИЦПВ»


Д.М. Михайлюк



«30» 11 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**ИНСТРУКЦИЯ
МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ
МС-200, МС-500**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

ИТА 20.00.00.000 МП

2018 г.

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры МС-200, МС-500 (далее Масс-спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Настоящая методика разработана в соответствии с РМГ 51-2002 «Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения».

При ознакомлении с методикой поверки необходимо дополнительно руководствоваться эксплуатационной документацией на Масс-спектрометры, эталоны и средства измерений, применяемые при поверке Масс-спектрометров.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1.

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1. Внешний осмотр и проверка комплектности	5.1	да	да
2. Опробование	5.2	да	да
3. Определение метрологических характеристик:	5.3	да	да
4. Определение диапазона массовых чисел	5.3.1	да	да
5. Определение разрешающей способности	5.3.2	да	да
6. Определение порога чувствительности	5.3.3	да	да
7. Определение относительного среднего квадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений	5.3.4	да	да

1.2 Операции поверки проводятся юридическими лицами, аккредитованными в установленном порядке.

1.3 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа поддиапазонов измерений и для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1.

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
5.3.1 – 5.3.3	Вакууметр широкодиапазонный WRG, модификация WRGS, или аналог
	Поверочная газовая смесь ПГС ГСО 10532-2014 (содержание аргона не менее 0,1 %) или аналог
Примечания: 1. Вместо указанных в таблице средств поверки разрешается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками, удовлетворяющими предъявленным к ним требованиям при поверке Масс-спектрометров. 2. Применяемые средства поверки должны быть исправны, поверены и иметь свидетельства (отметки в формулярах или паспортах) о поверке	

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, предусмотренные ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок», «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (ПБ 10-115-96, Госгортехнадзор России), а также изложенные в руководстве по эксплуатации Масс-спектрометров, в технической документации на применяемые при поверке средства измерений и вспомогательное оборудование.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|---|---------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5; |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | не более 80; |
| - атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.) | 100 ± 4 (750 ± 30); |
| - напряжение питающей сети переменного тока частотой (50 ± 1) Гц, В | 220 ± 22 |

4.2 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выдержать Масс-спектрометр в условиях, указанных в п. 4.1 в течение не менее 30 минут;
- выполнить операции, оговоренные в РЭ на Масс-спектрометр по его подготовке к работе;
- выполнить операции, оговоренные в технической документации на применяемые средства поверки по их подготовке к измерениям;
- осуществить предварительный прогрев приборов для установления их рабочего режима.

4.3 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие соответствующую профессиональную подготовку;
- изучившие руководство по эксплуатации поверяемого Масс-спектрометра и методику его поверки.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр и проверка комплектности

5.1.1 При проведении внешнего осмотра и проверке комплектности должно быть установлено соответствие Масс-спектрометра следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, порядковый номер, год изготовления;
- прочность закрепления, плавность действия и обеспечение надежности фиксации всех органов управления;
- соответствие функциональному назначению и четкость всех надписей на органах управления и индикации;
- наружная поверхность не должна иметь следов механических повреждений, которые могут влиять на работу Масс-спектрометра;
- чистота и целостность разъемов;
- соединительные провода должны быть исправными;
- комплектность Масс-спектрометра должна соответствовать комплектности, указанной в документации (ИТА 20.00.00.000 РЭ и ИТА 20.00.00.000 ПС).

5.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности Масс-спектрометра считать положительными, если выполняются все выше перечисленные требования.

5.2 Опробование

5.2.1 При опробовании Масс-спектрометра необходимо соблюдать требования мер безопасности при работе с Масс-спектрометром. После включения Масс-спектрометра проверяется его общая работоспособность.

5.2.2 На рабочем столе ПЭВМ нажмите на иконку программного обеспечения МС 154 Масс-спектрометра, при этом откроется активное окно управления Масс-спектрометра.

На экране ПЭВМ должны высветиться наименование ПО «МС», идентификационный номер 154, контрольная сумма исполняемого кода D0528C92.

5.2.3 Проверить работоспособность Масс-спектрометра, органов управления каналов воспроизведения и измерений Масс-спектрометра в соответствии с Руководством по эксплуатации ИТА 20.00.00.000 РЭ.

5.2.4 Результаты поверки считать положительными и Масс-спектрометр допускается к дальнейшим испытаниям, если все каналы измерений Масс-спектрометра управляются, и на экране ПЭВМ имеется индикация о готовности Масс-спектрометра.

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Определение диапазона массовых чисел масс-спектрометра

Определение диапазона массовых чисел Масс-спектрометра осуществляется методом прямых измерений с использованием вакуумметра широкодиапазонного WRG.

Порядок выполнения:

1. Подготавливают Масс-спектрометр к работе согласно Руководству по эксплуатации ИТА 20.00.00.000 РЭ. Открывают вентиль–натекатель и устанавливают давление в масс-спектрометре $1,5 \times 10^{-4}$ Па (контролируется по вакуумметру широкодиапазонному WRG).

2. Регистрируют масс-спектр с отображением информации о положении стробов массовых пиков на мониторе компьютера, в окне по маркерному стробу №1 находят в спектре пик с массой 1 а.е.м. (H_1), соответствующий наименьшему значению диапазона массовых чисел определяемых Масс-спектрометром.

Находят маркерный строб №8, соответствующий в спектре пику с массой 28 а.е.м. (N_2). Определяют положение строба №8, соответствующее времени пролёта пика а.е.м. $28 - N_2$ (T_{28} , мкс), данные заносят в таблицу. Рассчитывают время пролета для иона, масса которого соответствует верхней границе диапазона регистрируемых масс (T_{max} , с) по формуле

$$T_{max} = T_{28} \cdot \sqrt{\frac{M_{max}}{28}} \quad (1)$$

где M_{max} - верхняя граница диапазона регистрируемых масс, а.е.м. (500 для исполнения МС-200 и 1500 для исполнения МС-500)

3. Находят период запуска как интервал времени между пиками N_2 в двух последовательных запусках. Если величина T_{max} меньше, чем $T_{зап}$ - период запуска, то масс-спектрометр способен регистрировать массу M_{max} . Таким образом, наибольшее значение диапазона массовых чисел определяется как – M_{max} .

4. Измерения по п.п. 2 - 3 провести не менее 3-х раз для Масс-спектрометров МС-200 и МС-500.

5. Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 6.4.1 Приложения 1.

6. Результаты поверки считать положительными, если диапазон массовых чисел Масс-спектрометров соответствует данным, приведенным в таблице 6.4.1 Приложения 1.

5.3.2 Определение разрешающей способности масс-спектрометра

Определение разрешающей способности осуществляется методом прямых измерений с использованием вакуумметра широкодиапазонного WRG.

Порядок выполнения:

1. Подготавливают Масс-спектрометр к работе согласно Руководству по эксплуатации ИТА 20.00.00.000 РЭ.

2. Осуществляют напуск ПГС $1,5 \times 10^{-4}$ Па (контролируется по вакууметру широкодиапазонному WRG), регистрируют масс-спектр и по маркерному стробу №10 в спектре пик с массой 40 а.е.м. (^{40}Ar), т.е. идентифицируют в зарегистрированном спектре пик изотопа ^{40}Ar .

3. Отмечают время регистрации изотопа ^{40}Ar - t , нс, соответствующее максимальной интенсивности пика, и ширину пика изотопа ^{40}Ar - Δt , нс, на уровне 50 % от максимальной интенсивности пика. Вычисляют разрешающую способность масс-спектрометра R по формуле

$$R = \frac{t}{\Delta t} \quad (2)$$

4. Измерения по п.п. 2 -3 провести не менее 3-х раз для масс-спектрометров МС-200 и МС-500.

5. Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 6.4.2 Приложения 1.

6. Результаты поверки считать положительными, если значение разрешающей способности Масс-спектрометров находятся в пределах, приведенных в таблице 6.4.2 Приложения 1.

5.3.3 Определение порога чувствительности

Определение порога чувствительности осуществляется методом прямых измерений с использованием вакуумметра широкодиапазонного WRG и ПГС.

Порядок выполнения:

2 Осуществляют напуск ПГС $1,5 \times 10^{-4}$ Па (контролируется по вакууметру широкодиапазонному WRG, регистрируют масс-спектр и по маркерному стробу №10 идентифицируют в зарегистрированном спектре пик ^{40}Ar .

3 Наблюдают выходной сигнал компонента ^{40}Ar , выраженный в милливольтгах. Оценивают величину шумовой дорожки в милливольтгах.

4 Постепенно уменьшают напуск ПГС, наблюдая уменьшение сигнала компонента ^{40}Ar ; по достижении величины сигнала значения ^{40}Ar , равной величине шумовой дорожки, фиксируют значение вакуума A1 (Па)

5 Полностью закрывают вентиль-натекатель, добиваясь пропадания сигнала от ^{40}Ar , фиксируют значение вакуума A2 (Па.).

6 Вычисляют значение пороговой чувствительности C (Па) по формуле

$$C = (A1-A2)*K/100 \text{ (Па)}, \quad (3)$$

где K – объёмная концентрация ^{40}Ar в ПГС в процентах.

7 Измерения по п.п. 2 - 6 провести не менее 3-х раз для Масс-спектрометров МС-200 и МС-500.

8 Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 6.4.3 Приложения 1.

9 Результаты поверки считать положительными, если значение порога чувствительности Масс-спектрометров находятся в пределах, приведенных в таблице 6.6.3. Приложения 1.

5.3.4 Проверка относительного среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений

1. Подготавливают масс-спектрометр к работе и проводят его градуировку по воздуху согласно Руководству по эксплуатации ИТА 20.00.00.000 РЭ.

2. Осуществляют напуск ПГС $1,5 \times 10^{-4}$ Па (контролируется по вакууметру широкодиапазонному WRG), регистрируют масс-спектр и по маркерному стробу №10 в спектре пик с массой 40 а.е.м. (^{40}Ar), т.е. идентифицируют в зарегистрированном спектре пик изотопа ^{40}Ar .

3. Регистрируют десять значений интенсивности пика ^{40}Ar .

4. Вычисляют среднее арифметическое полученных значений (\bar{C}_j , %) по формуле:

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}, \quad (1)$$

где C_i - значение выходного сигнала данного компонента, полученное при i -ом измерении,.

5. Вычисляют среднее квадратичное отклонение результатов измерений по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

6. Измерения по п.п. 2 - 4 провести не менее 3-х раз для Масс-спектрометров МС-200 и МС-500.

7. Результаты измерений и расчетов занести в таблицу 6.4.4. Приложения 1

8 Результаты поверки считать положительными, если значение относительного среднего квадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений Масс-спектрометров находятся в пределах, приведенных в таблице 6.4.4 Приложения 1.

6. Оформление результатов поверки

6.1 Результаты поверки оформляются протоколом. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

6.2 Масс-спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, считается пригодным для применения. Положительные результаты оформляются свидетельством о поверке, согласно установленной законодательством формы.

6.3 При отрицательных результатах поверки применение Масс-спектрометра запрещается и выдаётся извещение о его непригодности.

Ведущий научный сотрудник
АО «НИЦПВ»



И.С. Теплинский

« 25 » 11 2018 г.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

от «__» _____ 20__ г.

Средство измерений: Масс-спектрометр МС-200, МС-500

Принадлежит:

1. Заводской номер – .

2. Условия поверки:

- температура окружающего воздуха °С;
- атмосферное давление кПа;
- относительная влажность воздуха %;
- напряжение питания сети частотой 50 Гц В.

3. Методика поверки: «Масс-спектрометры МС-200, МС-500, ИТА 20.00.00.000 МП»

4. Средства поверки: Вакууметр широкодиапазонный WRG, модификация WRGS

Поверочная газовая смесь ПГС ГСО 10532-2014 (содержание аргона не менее 0,1 %)

5. Операции поверки

5.1 Внешний осмотр, проверка комплектности и маркировки:

- комплектность анализатора соответствует технической документации;
- механические повреждения отсутствуют;
- маркировка на анализаторе соответствует данным, приведенным в паспорте.

5.2 Опробование:

- Масс-спектрометр работоспособен (на цифровом дисплее отображается информация о режимах работы, отсутствуют сообщения об ошибках).

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения:

- программное обеспечение соответствует исходной версии.

5.4 Определение метрологических характеристик

Определение диапазона массовых чисел масс-спектрометра

Таблица 5.4.1.

Измеренное значение времени пролёта (T_{28}), мкс	Рассчитанное значение времени пролёта для верхней границы диапазона регистрируемых масс (T_{max}), мкс	Значение периода запуска, мкс	Полученное наибольшее значение массового числа, а.е.м.	Наибольшее значение массового числа по НТД, а.е.м., не менее
МС-200				
				500
МС-500				
				1500

Определение разрешающей способности масс-спектрометра

Таблица 5.4.2.

Значение времени регистрации t , нс	Значение ширины пика Δt , нс	Рассчитанное значение разрешающей способности	Допускаемое значение разрешающей способности по НТД, не менее
МС-200			
			150

МС-500			
			450

Определение порога чувствительности

Таблица 5.4.3.

Значение шумовой дорожки, мВ	Значение вакуума A1, Па.	Значение вакуума A2, Па.	Рассчитанное значение порога чувствительности, С, Па.	Допускаемое значение порога чувствительности, С Па не более
МС-200				
				1,33x10 ⁻⁸
МС-500				
				1,33x10 ⁻⁷

Проверка относительного среднего квадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений

Таблица 5.4.4.

Рассчитанное значение СКО %	Допускаемое значение относительного среднего квадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений, %, не более
МС-200	
	5%
МС-500	
	5%

Заключение: По результатам поверки масс-спектрометр МС-200, МС-500 зав. № признан годным негодным (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель

«__» _____ 20__ г.