

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»



Н.В. Иванникова **Н.В. Иванникова**

августа " **августа** 2018 г.

Масс-спектрометры
Prima PRO, Sentinel PRO, Prima BT

Методика поверки
МП 205-14-2018

г. Москва
2018 г.

Настоящая инструкция распространяется на масс-спектрометры Prima PRO, Sentinel PRO, Prima BT фирмы «Thermo Fisher Scientific», Соединенное Королевство, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
		при выпуске из производства и из ремонта	при периодической поверке
Внешний осмотр	6.1		
Опробование: - определение разрешающей способности	6.2 6.2.1	Да	Да ¹⁾
Определение метрологических характеристик: - определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала (молярной концентрации N ₂ , O ₂ и толуола)	6.3 6.3.1	Да	Да ¹⁾
- определение показателей точности результатов измерений	6.3.2	Нет	Да ²⁾

¹⁾ При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

²⁾ При наличии НД на МИ.

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

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:

- ГСО 10534-2014 состава смеси кислорода в азоте, номинальное значение молярной доли кислорода 20% (смесь А);
- ГСО 10534-2014 состава смеси кислорода в азоте, номинальное значение молярной доли кислорода 2% (смесь Б);
- ГСО 10539-2014 состава смеси метилбензола (толуола) в азоте, номинальное значение молярной доли толуола 1 млн⁻¹ (смесь В);
- ГСО 10539-2014 состава смеси метилбензола (толуола) в азоте, номинальное значение молярной доли толуола 2 млн⁻¹ (смесь Г);
- гелий марки 5 содержание основного вещества 99,999%, ТУ 0271-001-37924839-2014;
- синтетический воздух ТУ 2114-008-37924839-2016;
- термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 215-73, диапазон измерения (0-50)°С, цена деления 0,1°С;
- барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79;
- психрометр аспирационный МБ-4М, ГОСТ 6353-52, диапазон измерений относительной влажности (10-100)%.

Допускается применение других средств измерений, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

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, °С | от 15 до 25; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 107; |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| - напряжение питания переменного тока, В | 220 ₍₋₁₀₎ ⁽⁺¹⁵⁾ %; |
| - 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.
- проверяют пригодность газовых смесей в баллонах под давлением и паспорта на них;
- ПГС в баллонах выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 ч;
- при проведении поверки масс-спектрометры отключают от анализируемого потока газа.

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 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 задан-

ные 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.

6.2.1 Определение разрешающей способности

6.2.1.1 Газовую линию от редуктора баллона присоединяют к устройству ввода калибровочного газа. Для подключения баллонов с поверочными газами к калибровочной панели рекомендуется использовать трубки из нержавеющей стали 316. Устанавливают давление в линиях не более 2 атм. Скорость подачи газа на вход масс-спектрометра устанавливают при помощи редуктора:

- для масс-спектрометров Prima Pro и Prima BT – 150 мл/мин;
- для масс-спектрометров Sentinel Pro – 1,5 л/мин.

6.2.1.2 Разрешающую способность масс-спектрометров Prima Pro, Prima BT и Sentinel Pro с детектором Фарадея и катодом 1 определяют, используя смесь кислорода в азоте. 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

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

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

6.2.1.3. Операции, приведенные в 6.2.1.2, повторяют при включении катода 2.

Масс-спектрометр считается прошедшим поверку по п.6.2 1.2, если полученные значения разрешающей способности удовлетворяют следующим требованиям:

- для масс-спектрометров Prima Pro и Prima BT $R \geq 60$;
- для масс-спектрометра Sintenel Pro $R \geq 80$.

6.3 Определение метрологических характеристик

Перед определением СКО выходного сигнала масс-спектрометры Prima Pro, Prima BT и Sentinel Pro калибруют.

6.3.1 Калибровка масс-спектрометров

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

Калибровку масс-спектрометра Sentinel Pro с множителем MCP SEM (Multiplier detector) и катодами 1 и 2 по массовому числу $M=92$ выполняют с использованием ГСО состава толуола в азоте (смесь В) для установления нулевых показаний применяют синтетический воздух.

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

6.3.2 Определение СКО выходного сигнала (молярной концентрации измеряемых компонентов)

6.3.2.1 Масс-спектрометры Prima Pro и Prima BT

Подсоединяют баллон с поверочной смесью 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.

6.3.2.2 Масс-спектрометры Sentinel Pro

Присоединяют баллоны с поверочной смесью толуола в азоте (смесь Г) ко входу масс-спектрометра Sentinel Pro с множителем MCP SEM (Multiplier detector) и катодом 1. Проводят измерения содержания толуола в автоматическом режиме в соответствии с руководством по эксплуатации в течение 4 часов

Операции повторяют при включении катода 2.

6.3.2.3 СКО результатов измерений молярной доли компонентов рассчитываются автоматически 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 молярной доли кислорода (m/z 32), азота (m/z 28) или толуола (m/z 92), % (млн^{-1});

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

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

Масс-спектрометры считаются прошедшим поверку по п. 6.3.2, если значения СКО не превышают значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Масс-спектрометры		
	Prima BT	Prima PRO	Sentinel PRO
Предел допускаемого СКО выходного сигнала, мол. доля, не более:			
N ₂ (28)	0,2 %		-
O ₂ (32)	0,04 %		-
толуол (92)		-	0,04 млн^{-1}

6.3.2 При проведении периодической поверки масс-спектрометров, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 По результатам поверки оформляют протокол произвольной формы.

7.2 Масс-спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в паспорте на масс-спектрометр (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке (при периодической поверке) в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденном Приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.3 На масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг