

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по  
производственной метрологии

ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова



«20» июля 2020 г.

**Масс-спектрометры изотопные  
модели isoprime precisION, isoprime visION**

**Методика поверки**

**МП 205-10-2020**

г. Москва

2020 г.

Настоящая методика поверки распространяется на масс-спектрометры изотопные модели isoprime precisION, isoprime visION (далее – масс-спектрометры), предназначенные для измерений отношений атомных долей стабильных изотопов лёгких газообразующих элементов (углерода, азота, водорода, кислорода) в составе простых газов (CO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>) и устанавливает методы их первичной поверки при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

- 1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в табл. 1.
- 1.2 Возможно проведение сокращенной поверки прибора (при необходимости) – не по всем компонентам на основании письменного заявления владельца прибора с обязательным указанием в свидетельстве о поверке объема проведенных работ.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения	
		при первичной поверке	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2	да	да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4 Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

- 1.3 При получении отрицательного результата при проведении какой-либо из операций поверка прекращается.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- 2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.4	Газы или жидкости в баллонах под давлением с объемной долей основного компонента не менее 99,995 %: - азот газообразный «ос.ч», ГОСТ 9293-74; - диоксид углерода жидкий «ос.ч», ТУ 20.11.12-013-05015259-2018; - водород газообразный «ос.ч», ТУ 20.11.11-012-05015259-2018.
6.2, 6.4	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», диапазон измерений относительной влажности (от 3 до 97 %), диапазон измерений температуры (от минус 40 до плюс 85 °С), диапазон измерений атмосферного давления (от 80 до 110 кПа), рег. № 32014-11
Примечание - допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик газоанализаторов с требуемой точностью	

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и средствами пожаротушения. Не допускается сбрасывать газы в атмосферу рабочих помещений.

3.2 В помещении должна быть исключена возможность образования взрывоопасных метано-воздушных смесей.

3.3 При работе с баллонами, содержащими поверочные газы или жидкости под давлением, необходимо соблюдать требования техники безопасности согласно Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утв. приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 г. N 116).

3.4 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.5 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные:

- в руководстве по эксплуатации масс-спектрометра;
- в эксплуатационных документах средств измерений, используемых при поверке.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от плюс 18 до плюс 25 °С;
- относительная влажность воздуха от 20 до 60 %;

- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;

## 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

- 5.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.
- 5.2 Проверить наличие паспортов, сертификатов и сроки годности средств поверки.
- 5.3 Подготовить поверяемый масс-спектрометр и средства поверки к работе в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие масс-спектрометра следующим требованиям:

- масс-спектрометр не должен иметь повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность;
- комплектность (при первичной поверке) и маркировка масс-спектрометра должны соответствовать руководству по эксплуатации;

Масс-спектрометр считается выдержавшим поверку по внешнему осмотру, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

### 6.2 Опробование

При опробовании проверяют общее функционирование масс-спектрометра при включении электрического питания согласно п. 1.4 руководства по эксплуатации.

- 6.2.1 Для включения масс-спектрометра переведите тумблер питания в положение «On».
- 6.2.2 Включите компьютер, управляющий системой, загрузите ПО масс-спектрометра.
- 6.2.3 По окончании загрузки программного обеспечения масс-спектрометр переходит в режим измерений.
- 6.2.4 Результат опробования считают положительным, если:
  - органы управления масс-спектрометра функционируют;
  - после окончания загрузки программного обеспечения масс-спектрометр автоматически переходит в режим измерений.

### 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Для проверки соответствия программного обеспечения необходимо считать на мониторе управляющего компьютера масс-спектрометра идентификационное наименование и номер версии ПО, которые отображаются в диалоговом окне ПО IonOS.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считают положительным, если идентификационное наименование соответствует IonOS, а номер версии программного обеспечения не ниже 4.3.

#### 6.4 Определение метрологических характеристик

##### 6.4.1 Проверка разрешающей способности $R$

Присоединить газовую линию от редуктора баллона с  $\text{CO}_2$  к устройству ввода пробы. Отрегулировать давление в линиях до уровня не более 4 атм. С помощью ПО масс-спектрометра подать газ  $\text{CO}_2$  в источник ионов масс-спектрометра и зарегистрировать пик на массе 44 а.е.м.

С помощью ПО масс-спектрометра, для интенсивности пика, равной 10 % от максимальной, измерить значение ширины пика  $\Delta M$ , а.е.м. Рассчитать разрешающую способность по формуле (1)

$$R = 44 / \Delta M \quad (1)$$

где  $\Delta M$  – ширина пика на массе 44 а.е.м. на уровне 10 % от максимальной интенсивности.

Значение разрешающей способности должно составлять не менее 130.

##### 6.4.2 Проверка СКО величины $\delta^N A$

Присоединить газовую линию от редуктора баллона с одним из перечисленных в табл. 1 газов к устройству ввода пробы. Отрегулировать давление в линиях до уровня не более 4 атм. Соответствие газов и изотопов указано в табл. 3.

С помощью ПО масс-спектрометра (по встроенной программе) дискретно подавать газ в источник ионов масс-спектрометра (импульс газа продолжительностью 30 с затем пауза 30 с, общее число импульсов – 10). По окончании подачи газа ПО масс-спектрометра рассчитает величину  $\delta^N A$  для каждого импульса газа, и СКО результатов измерений по формуле (2)

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left( \delta^N A_i - \delta^{\bar{N}} A \right)^2}{n-1}} \quad (2),$$

где  $\delta^N A_i$  –  $i$ -ый результат измерения для элемента А;

-  $\delta^{\bar{N}} A$  – среднее значение результатов измерений;

-  $n$  – количество единичных измерений ( $n = 10$ ).

Масс-спектрометр считается выдержавшим поверку, если значения СКО ( $S$ , ‰) не превышают значений  $S(\delta^N A)$ , указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Пределы допускаемого СКО величины  $\delta^N A$

Используемый газ	Изотоп (А)	$S(\delta^N A)$ , ‰
CO <sub>2</sub>	<sup>13</sup> C	0,06
N <sub>2</sub>	<sup>15</sup> N	0,06
H <sub>2</sub>	<sup>2</sup> H	0,2

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки масс-спектрометров заносят в протокол (Приложение А).

7.2 Положительные результаты поверки масс-спектрометра оформляют свидетельством о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке или на масс-спектрометр.

7.3 На масс-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, 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 Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальника сектора ФГУП «ВНИИМС»



О.Л. Рутенберг

Ст. н. сотр. , к.х.н.



И.А. Питерских

**Приложение А**  
**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

1. Поверяемое средство измерений: масс-спектрометр \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_,  
выпущенный (отремонтированный) \_\_\_\_\_  
(дата выпуска или ремонта)

\_\_\_\_\_ (предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

принадлежащий \_\_\_\_\_

2. Средства поверки:

3. Условия поверки:

4 Результаты поверки:

Операция поверки	Пункт методики поверки	Допускаемое значение параметра	Установленное значение параметра	Заключение пригодности прибора (годен, не годен)
1. Внешний осмотр	6.1	в соответствии с 6.1		
2. Опробование	6.2	в соответствии с 6.2		
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	идентификационное наименование IonOS, номер версии ПО не ниже 4.3.		
4 Определение метрологических характеристик:	6.4			
проверка разрешающей способности $R$ ;	6.4.1	110		
проверка СКО величины $\delta^{NA}$				
$S(\delta^{13C}), \text{‰}$	6.4.2	0.06		
$S(\delta^{15N}), \text{‰}$	6.4.2	0.06		
$S(\delta^{2H}), \text{‰}$	6.4.2	0,2		

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_