ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРОВ ТИПА МХ 6202

МИ 65—75

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1976

РАЗРАБОТАНА Всесоюзным ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ)

Директор **Арутюнов В. О**
Руководитель темы **Грудникина Н. П.**
Исполнители: **Федорова З. П., Чуйкова С. Я.**

ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

Лабораторией законодательной метрологии ВНИИМ

Руководитель лаборатории **Селиванов М. Н.**
Исполнитель **Орлова А. И.**

УТВЕРЖДЕНА Научно-техническим советом ВНИИМ 17 октября 1972 г., протокол № 8

УДК 621.384.8

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРОВ ТИПА МХ 6202

МИ 65—75

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометры типа МХ 6202 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны выполняться операции и применяться средства поверки, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Наименования операций	Номера пунктов методики	Наименования средств поверки
Внешний осмотр	4.1	—
Определение дрейфа и флуктуаций нулевых уровней усилителей постоянного тока	4.2.1	Самописец Н320—3
Определение времени установления показаний	4.2.2.	Самописец Н320—3; газовая смесь с содержанием CO_2 (4—5) % по объему
Определение диапазона развертки спектра масс	4.2.4.	Самописец Н320—3
Определение уровня выходного сигнала без напуска	4.2.5.	Самописец Н320—3
Определение изменения во времени показаний, полученных при градуировке	4.2.6.	Смесь: CO_2, Ar, O_2, N_2; самописец Н320—3

© Издательство стандартов, 1976

Продолжение табл. 1

Наименования операций	Номера пунктов методики	Наименования средств поверки
Определение изменения показаний по N_2, полученных при градуировке при изменении напряжения питания на 10%	4.2.7.	Самописец Н320—3
Проверка взаимного влияния каналов измерения	4.2.8.	Самописец Н320—3
Проверка герметичности вакуумных уплотнений	4.2.9.	Гелий; самописец Н320—3
Проверка напряжений на отражателе	4.2.10.	Вольтметр постоянного тока
Определение изменения показаний масс-спектрометра при изменении влажности исследуемой газовой смеси O_2 и CO_2	4.2.11.	Самописец Н320—3
Определение погрешности измерения процентного содержания	4.2.12.	Смесь: O_2, CO_2, Ar, N_2; самописец Н320—3
Проверка работы системы защиты масс-спектрометра	4.2.13.	—

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Наименования средств поверки	Нормативно-технические характеристики
Самописец Н320—3	Класс 2,5
Вольтметр постоянного тока	Входное сопротивление не менее 140 Ом
Кислород	ГОСТ 5583—68
Углекислый газ	ГОСТ 8050—64
Аргон	ГОСТ 10157—73
Азот	ГОСТ 9293—74
Смесь с содержанием компонентов в процентах по объему:	Смесь приготавливают объемным методом;

Продолжение табл. 2

Наименования средств поверки	Нормативно-технические характеристики
CO_2 — $\frac{1}{4 \div 5}$; $\frac{2}{9 \div 10}$; $\frac{3}{4 \div 5}$ O_2 — 19÷20; 10÷11; 14,5÷15,5	Содержание O_2 и CO_2 должно быть известно с погрешностью ±0,05% по объему
Ar — 1÷2; 1÷2; 1÷2 N_2 — 76÷73; 80÷77; 80,5÷77,5	Содержание Ar и N_2 должно быть известно с погрешностью ±0,1% по объему

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. Условия поверки должны соответствовать нормальным условиям эксплуатации приборов группы II по ГОСТ 9763—67.

3.2. Перед проведением поверки необходимо подготовить масс-спектрометр к работе согласно инструкции по его эксплуатации.

3.3. Проверка масс-спектрометра производится при:

установке переключателя входных регистров электрометра ЭМ-01 в положение «2»;

установке тумблера «Нагрев капилляра» в положение «Вкл.»;

установке переключателя рода работы в положение «Работа»;

установке переключателя «Работа—Нуль» в положение «Работа»;

включенном катоде анализатора.

При проведении испытаний использовать капилляр (черт. 1Г4. 462.600 ст. 8, № 1 из комплекта ЗИП-2).

3.4. Положение дросселирующего вентиля, кроме особо оговоренных случаев, должно быть установлено при градуировке прибора по воздуху в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

отсутствие механических и коррозийных повреждений, комплектность.

4.2. Определение метрологических параметров

4.2.1. Дрейф и флуктуации нулевых уровней усилителей постоянного тока каналов измерения ионных токов определяются по записи смещенного нуля на диаграммной ленте самопишущего прибора в следующем порядке:

устанавливают перья самопишущего прибора на середину шкалы, при этом тумблеры прибора должны находиться в положении «Арр»;

устанавливают минимальный нажим перьев с помощью регулирующих винтов;

устанавливают минимальное напряжение смещения на всех каналах измерения ионного тока;

устанавливают тумблер «Работа—Нуль» в положение «Нуль», ручку «Калибровка общая» в среднее положение, переключатель входного резистора электрометра в положение 2 ($R_{вх}=3{,}3\cdot10^{10}$ Ом), скорость движения диаграммной ленты 1 мм/с;

при включенном катоде анализатора устанавливают нулевые уровни усилителей постоянного тока каналов измерения ионного тока на пределе измерения 10% по объему в диапазоне 10—30% шкалы;

отсчитывают показания по N_2 и O_2 на пределе 100% по объему. Они не должны отличаться от начала шкалы более чем на ±1,5% шкалы;

включают катод анализатора; смещение нулевых уровней должно быть не более 10%;

переключатель входного резистора электрометра устанавливают в положение 1 ($R_{вх}=3{,}3\cdot10$ Ом); поднимают перья самописца Н320—3 над диаграммной лентой винтами, регулирующими нажим перьев;

в течение 20 мин при включенном двигателе прибора Н320—3 наблюдают за флуктуациями перьев самопишущего прибора на всех каналах измерения ионного тока.

Значения флуктуаций не должно превышать 2% шкалы.

4.2.2. Время установления показаний масс-спектрометра определяется на канале измерения CO_2 в следующем порядке:

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 50 мм/с;

устанавливают оптимальную степень успокоения пера самопишущего прибора;

помещают наконечник капилляра в выходную трубку баллона с газовой смесью, содержащей (4—5) % по объему CO_2;

устанавливают показание по CO_2 в пределах 50—100% шкалы относительно уровня CO_2 при напуске воздуха;

производят смену напуска воздуха и указанной смеси путем быстрого перемещения наконечника капилляра из выходной трубки баллона с газовой смесью в воздушную среду;

измеряют время установления показаний по CO_2 на 63% (постоянная времени) и 90% амплитуды сигнала.

Время установления показаний должно быть не более:

0,2 с — до уровня 63%;

1 с — до уровня 90%.

4.2.3. Диапазон развертки спектра масс должен определяться при напуске воздуха на канале N_2 в следующем порядке:

включают предел измерения 100% объемных;

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 5 мм/с;

производят напуск воздуха и записывают масс-спектр воздуха при ручной и автоматической развертке. По показаниям вольтметра пульта управления ускоряющее напряжение должно изменяться от 200 до 60 В — при ручной и от 200 до 30 В — при автоматической развертке. При этом обеспечивается развертка спектра масс в диапазоне чисел 12—44.

Вершине пика N_2 должно соответствовать ускоряющее напряжение 120—140 В, вершине пика O_2 140—160 В.

4.2.4. Разрушающая способность должна определяться по спектру масс, записываемому при выполнении операций п. 4.2.3, разрешающая способность должна быть не менее 20±2 на уровне 50% амплитуды, что соответствует отношению расстояния между вершинами пиков N_2 и O_2 к ширине пика N_2 на уровне 50% амплитуды, равному 2,8±0,3.

4.2.5. Уровень выходного сигнала без напуска определяется по кислороду на пределе 10% по объему в следующем порядке:

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 2 мм/с;

полностью открывают дросселирующий вентиль; при напуске устанавливают показание по O_2 10—5% по объему;

надевают вакуумную заглушку (черт. 1Г6.433.501 из комплекта ЗИП—2) на наконечник капилляра, при этом показание по O_2 за 5—10 мин должно снизиться не менее чем в 5 раз.

4.2.6. Изменение во времени показаний, полученных при градуировке, определяется как максимальная разность показаний по N_2 и O_2 в течение 2 ч измерений. Изменение показаний по CO_2 определяется по разности показаний в начале и в конце измерений относительно регистрируемого при этом уровня при напуске воздуха. Проверка производится следующим образом:

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 0,02 мм/с;

производят напуск смеси следующего состава:

CO_2 4—5%; O_2 19—20%; Ar 1—2%; N_2 76—73%;

включают пределы измерений по N_2 и O_2 100% по объему;

устанавливают показания по N_2, O_2 и CO_2, соответствующие их содержанию в смеси;

отсчитывают показания по N_2 и O_2 относительно нулевого уровня;

отсчитывают показания по CO_2 относительно уровня CO_2 при напуске воздуха;

включают пределы измерения по N_2 и CO_2 10% по объему;

устанавливают показания по N_2, O_2 и CO_2 в пределах 40—60% шкалы.

Установку показаний производят через 10 и 60 мин после включения масс-спектрометра;

в течение 2 ч наблюдают за изменением показаний;

помехи в виде отдельных выбросов не учитываются. По каналу N_2 допускается не более 20 выбросов длительностью не более 1 мин каждый.

Изменение показаний по объему должно быть: 4%—по N_2; 1%—по O_2; 0,25%—по CO_2.

4.2.7. Изменение показаний по N_2, полученных при градуировке, при изменении напряжения питания на ±10% определяется в следующем порядке:

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 1 мм/с;

производят напуск воздуха, устанавливают показание по N_2 относительно нулевого уровня; включают предел измерения по N_2 10% по объему, компенсируют сигнал и устанавливают показание в пределах 40—60% шкалы;

изменяют напряжение сети на ±10% и отсчитывают показание по N_2.

При изменении напряжения питания на ±10% изменения показаний по N_2 должны быть не более ±0,5% по объему.

4.2.8. Проверка взаимного влияния каналов измерения производится по записи на самописце при напуске воздуха при скорости движения диаграммной ленты 1 мм/с следующим образом:

устанавливают на шкале 100% по объему показания по N_2 и O_2, соответствующие их содержанию в воздухе;

включают пределы измерения по N_2 10% по объему и устанавливают показания по N_2 в пределах шкалы;

производят полный поворот ручки «Смещение O_2»;

изменения показаний по N_2 при этом не должно превышать 1% по объему;

устанавливают минимальный ток эмиссии ручкой «Калибровка O_2»;

включают пределы измерений по объему 100% N_2, по 10% O_2; показание по O_2 устанавливают в пределах шкалы;

производят полный поворот ручки «Калибровка N_2», изменение показаний по O_2 не должно при этом превышать 1% по объему. При увеличении тока эмиссии не должно быть обратного движения пера прибора Н320—3 (канал N_2) после перехода им максимума шкалы;

устанавливают нулевые уровни каналов измерения. Ручку «Смещение» канала, на котором производятся измерения, устанавливают до упора по часовой стрелке. Изменение показания по каждому каналу не должно превышать 0,1% по объему при полном повороте ручек «Смещение» остальных каналов.

4.2.9. Проверка герметичности вакуумных уплотнений производится обдувом их гелием с регистрацией пика гелия на самопишущем приборе Н320—3 при скорости движения диаграммной ленты 1 мм/с следующим образом:

вместо платы 6 включают плату (черт. 1Г5.410.001 из ЗИП № 1), обеспечивающую настройку анализатора на пик гелия. Переключа-

тель входных резисторов электрометра устанавливают в положение 1 ($R_{вх}=3{,}3\cdot10^{11}$ Ом);

включают пределы измерения по N_2 и O_2 10% об;

устанавливают максимальный ток эмиссии на всех каналах измерения;

при ручной регулировке ускоряющего напряжения в диапазоне 125±15 В регистрируют пик гелия на каналах измерения N_2, O_2, CO_2;

производят проверку уплотнения капилляра, для чего при открытых ручном вентиле и электромагнитном клапане при напуске воздуха обдувается гелием разъем подсоединения капилляра к аналитической системе. Пик гелия не должен увеличиваться более чем на 6 : 5% шкалы.

Примечания:

1. При проверке предохранять вход капилляра от непосредственного попадания в него гелия.

2. При закрытых ручном вентиле и электромагнитном клапане отключается система защиты по форвакууму. При отключенной системе защиты по форвакууму недопустимо одновременное открывание ручного вентиля и электромагнитного клапана.

Для отключения системы защиты плата *10* (устройство блокировочное 1Г5.139.000) включается через переходную колодку (1Г7.102.019 и 1Г7.102.020 из ЗИП № 1). Цепь контакта *6* колодки размыкается и контакт *6*, идущий к плате *10*, соединяется с контактом *1*. При этом электромагнитный клапан и катод анализатора включается независимо от давления перед диафрагмой;

отсоединяют капилляр от аналитической системы, расстыковкой разъема Ш36 включают вакуумный насос ВН-0,03;

снимают заглушку с технологического вентиля;

при закрытом ручном вентиле и открытом электромагнитном клапане производят обдув гелием аналитической системы и напуск гелия в отверстие подсоединения капилляра. Пик гелия не должен увеличиваться более чем на 2,5% шкалы;

при закрытом ручном вентиле и открытом электромагнитном клапане включают вакуумный насос ВН-0,03 на 5—10 мин подсоединением разъема Ш36 для откачки гелия из системы напуска; расстыковкой Ш36 вновь выключают вакуумный насос ВН-0,03;

снимают электромагнит клапана с аналитической системы или выдвигают его не менее чем на 10 мм (в этом случае при нажатии кнопки «Клапан вкл.» клапан не открывается);

при открытом ручном вентиле производят напуск гелия в отверстие подсоединения капилляра в течение 30 мин и обдув уплотнения диафрагмы. При этом пик гелия не должен увеличиться более чем на 12,5% шкалы.

4.2.10. Проверка напряжения на отражателе производится измерением напряжения на контакте *4* (цепь отражателя) относи-

тельно контакта *5* (цепь катода) разъема МРН-14 платы *8*, включаемой через переходную колодку (1Г7.102.019 и 1Г7.102.020 из ЗИП № 1). Для проверки устанавливают максимальный ток эмиссии и вольтметром постоянного тока с входным сопротивлением не менее 1 МОм измеряют напряжение на контакте *4* относительно контакта *5*. Корпус вольтметра должен быть изолирован от корпуса масс спектрометра.

Напряжение на отражателе масс-спектрометра относительно катода при максимальном токе эмиссии не должно быть менее 10 В.

4.2.11. Изменение показаний масс-спектрометра при изменении влажности анализируемой смеси оценивается по изменению показаний по O_2 следующим образом:

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 1 мм/с;

при напуске воздуха устанавливают показание по O_2 относительно нулевого уровня и включают предел измерения по O_2 10% по объему;

устанавливают показания по O_2, скомпенсировав начальный сигнал с помощью ручки «смещение» в пределах шкалы;

помещают наконечник капилляра в поток выдыхаемого воздуха и через 2 мин регистрируют показания по O_2 во вдыхаемом воздухе; уменьшение показаний не должно быть более 0,8% по объему;

переносят капилляр в воздушную среду; в течение 5 мин показание по O_2 должно восстановиться с отклонением не более $\pm 0{,}25\%$ по объему, причем основное восстановление (не менее 70%) должно произойти скачком длительностью не более 15 с.

4.2.12. Погрешность измерения процентного содержания O_2 и CO_2 должна определяться по разности между измеренными и действительными значениями содержания этих компонентов в смеси в следующем порядке:

приготовляют согласно инструкции по приготовлению смесей, (прилагаемой к инструкции по эксплуатации), газовые смеси 1, 2 и 3;

устанавливают скорость движения диаграммной ленты 1 мм/с;

градуируют масс-спектрометр по O_2, для чего включают канал измерения по O_2 на предел 10% об, производят напуск смеси 1 и 2 и устанавливают разность показаний прибора по O_2, соответствующую разности содержания O_2 в этих смесях, таким образом, чтобы она составила 80—100% шкалы:

производят контрольный напуск смесей 2 и 3 и измеряют разность показаний, соответствующую разности содержания O_2 в этих смесях.

Градуировку и контрольные измерения необходимо построить не менее пяти раз.

Погрешность измерения процентного содержания O_2 определяется как среднее арифметическое отклонение измеренной разности содержания O_2 в смесях 2 и 3 от ее действительного значения;

градуируют прибор по CO_2, для чего при напуске смеси 2 ус-

танавливают показание, соответствующее содержанию CO_2 в смеси 2, таким образом, чтобы оно составляло 80—100% шкалы;

производят контрольный напуск смеси 1 и измеряют содержание CO_2 в смеси 1.

Градуировку прибора и контрольные измерения повторяют не менее пяти раз.

Погрешность измерения процентного содержания CO_2 определяется как среднее арифметическое отклонение измеренного содержания CO_2 в смеси 1 от ее действительного значения.

Предел допускаемой погрешности измерения содержания O_2 и CO_2 $\pm 0{,}25\%$ по объему.

4.2.13. Проверка системы защиты должна производиться при напуске воздуха и включенном катоде анализатора следующим образом:

при открытом электромагнитном клапане закрывают на 10—30 с ручной вентиль. При резком открывании ручного вентиля электромагнитный клапан должен закрываться вследствие увеличения давления в анализаторе;

при открытом электромагнитном клапане и ручном вентиле капилляр отсоединяют от аналитической системы. При этом растет давление в системе напуска, измеряемое по прибору пульта управления.

Система защиты масс-спектрометра МХ 6202 должна обеспечить выключение катода анализатора и закрывание электромагнитного клапана при увеличении давления в анализаторе или давления перед диафрагмой до $(3 \div 4) \cdot 10^3$ Па ($30 \div 40$ мм рт. ст.).

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Положительные результаты поверки масс-спектрометров МХ 6202 должны быть оформлены свидетельством о государственной поверке по форме, установленной Госстандартом, на оборотной стороне которого производится запись результатов поверки.

5.2. Масс-спектрометр МХ 6202, прошедший поверку с отрицательным результатом, в обращение не допускается, и на него должно быть выдано извещение о непригодности, а свидетельство о предшествующей поверке аннулируется.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРОТОКОЛ №_____

Заводской номер прибора _____

Год выпуска _____

Дата поверки _____

1. Определение . . . . . (наименования параметров или характеристик в соответствии с наименованиями операций поверки настоящей методики)
2. Методика поверки и расчетные формулы . . . . . .
3. Условия поверки . . . . . .
4. Результаты поверки . . . . . .
5. Заключение . . . . . .

МЕТОДИКА

поверки масс-спектрометров типа МХ 6202

МИ 65—75

Редактор *Е. И. Глазкова*
Технический редактор *В. Н. Солдатова*
Корректор *Э. В. Митяй*

Т—12844. Сдано в наб. 22.01.76. Подп. в печ. 25.06.76. 0,75 п. л. 0,66 уч.-изд. л. Тир. 3000. Ц. 7 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва. Д-22. Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 663