

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)



Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

«07» 03 2016 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Масс-спектрометры МТИ-350ГМ
Методика поверки
МП 47-221-2015

н.р.64324-16

Екатеринбург
2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА: ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ: А.С. Васильев, старший инженер ФГУП «УНИИМ»

3 УТВЕРЖДЕНА: ФГУП «УНИИМ» 01.03.2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Операции поверки.....	4
4 Средства поверки.....	5
5 Требования безопасности.....	6
6 Требования к квалификации поверителя.....	7
7 Условия поверки и подготовка к ней.....	7
8 Проведение поверки.....	7
9 Оформление результатов поверки.....	11
Приложение А. Форма протокола поверки.....	13

Государственная система обеспечения единства измерений Масс-спектрометры МТИ-350ГМ. Методика поверки.	МП 47-221-2015
---	-----------------------

Введена с 01.03.2016 г.

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на масс-спектрометры МТИ-350ГМ (далее – масс-спектрометры) по Л6226.0.0.0ТУ-ЛУ, предназначенные для измерений и автоматического контроля изотопного состава гексафторида урана.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства поверки»

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ от 24.07.13 № 328н

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции	
		при первичной поверке	при периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	+	+
Опробование	8.2	+	+
Проверка электрического сопротивления изоляции	8.3	+	+
Проверка разрешающей способности	8.4	+	+
Проверка порога чувствительности по урану	8.5	+	+
Проверка изотопического порога чувствительности	8.6	+	+
Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана	8.7	+	+

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции	
		при первичной поверке	при периодической поверке
Определение систематической составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана	8.8	+	+

3.2 Если при выполнении хотя бы одной из операций по 3.1 будет установлено несоответствие масс-спектрометра установленным требованиям, масс-спектрометр бракуют. При первичной поверке масс-спектрометр возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления, при периодической поверке масс-спектрометр возвращается представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.1	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7, диапазон измерений относительной влажности (0-99) %, абс. погрешность ± 2 %, диапазон измерений температуры (минус 20-60) °С, абс. погрешность $\pm 0,5$ °С
7.1	Барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерений (80-160) кПа, абс. погрешность ± 1 кПа
7.1	Прибор контроля показателей качества электрической энергии портативный ППКЭ-1-50, номинальное значение напряжения 220 В, диапазон измерения установившегося отклонения напряжения от минус 20 до 20 %, диапазон измерения отклонения частоты от минус 1 до 1 %, диапазон измерения коэффициента искажения синусоидальности кривой напряжения от 0 до 15 %, абс. погрешность измерения отклонения напряжения 0,5 %, абс. погрешность измерения отклонения частоты 0,02 Гц, абс. погрешность измерения коэффициента искажения 0,2 %
8.3	Мегаомметр М4100/3, диапазон измерений (0-100) МОм, испытательное напряжение (500 \pm 50) В, КТ 1,5
8.5	ГСО 7521-99, партия 5-84, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 (0,00533 \pm 0,00005) %, урана-235 (0,71978 \pm 0,00005) %, урана-238 (99,2749 \pm 0,0001) %

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8.7	<p>ГСО 7520-99, партия 2-79, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 ($0,0023 \pm 0,0001$) %, урана-235 ($0,4105 \pm 0,0003$) %, урана-236 ($0,0068 \pm 0,0001$) %, урана-238 ($99,5804 \pm 0,0003$) %;</p> <p>ГСО 7521-99, партия 5-84, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 ($0,00533 \pm 0,00005$) %, урана-235 ($0,71978 \pm 0,00005$) %, урана-236 < $0,00003$ %, урана-238 ($99,2749 \pm 0,0001$) %;</p> <p>ГСО 7533-99, партия 183-98, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 ($0,0052 \pm 0,0001$) %, урана-235 ($5,0085 \pm 0,0024$) %, урана-236 ($0,0002 \pm 0,0001$) %, урана-238 ($94,9861 \pm 0,0024$) %</p>
8.8	<p>ГСО 7520-99, партия 2-79, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 ($0,0023 \pm 0,0001$) %, урана-235 ($0,4105 \pm 0,0003$) %, урана-236 ($0,0068 \pm 0,0001$) %, урана-238 ($99,5804 \pm 0,0003$) %;</p> <p>ГСО 7521-99, партия 5-84, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 ($0,00533 \pm 0,00005$) %, урана-235 ($0,71978 \pm 0,00005$) %, урана-236 < $0,00003$ %, урана-238 ($99,2749 \pm 0,0001$) %;</p> <p>ГСО 7533-99, партия 183-98, аттестованные значения атомной доли изотопов урана-234 ($0,0052 \pm 0,0001$) %, урана-235 ($5,0085 \pm 0,0024$) %, урана-236 ($0,0002 \pm 0,0001$) %, урана-238 ($94,9861 \pm 0,0024$) %</p>

4.2 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО должны иметь действующие паспорта.

4.3 Допускается применять другие средства измерений, которые по своим характеристикам удовлетворяют требованиям настоящей методики.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности, установленные в руководстве по эксплуатации на масс-спектрометры и эксплуатационной документации на средства поверки.

5.2 При монтаже и эксплуатации масс-спектрометров должны соблюдаться «Правила эксплуатации электроустановок потребителей ПЭЭП», «Межотраслевые правила по охране труда (Правила безопасности) при эксплуатации электроустановок», «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», «Основных санитарных правил ионизирующих излучений –ОСПОРБ 99/2010» и «Норм радиационной безопасности работы с радиоактивными веществами и другими источниками НРБ 99/2009».

6 Требования к квалификации поверителя

К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации на поверяемые масс-спектрометры, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений ионизирующего излучения.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

- | | |
|---|-------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5 ; |
| - относительная влажность, % | от 30 до 75; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7; |
| - напряжение питающей сети, В | $220^{+10\%}_{-15\%}$; |
| - частота питающей сети, Гц | от 49,5 до 50,5; |
| - коэффициент нелинейных искажений формы кривой питающего напряжения, %, не более | 5. |

7.2 ГСО должны быть выдержаны при температуре (20 ± 5) °С в течение не менее 24 ч.

7.3 Перед поверкой масс-спектрометр необходимо выдержать в помещении, где проводят поверку, не менее 4 часов.

7.4 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в руководстве по эксплуатации масс-спектрометра и в эксплуатационных документах на средства поверки.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешний осмотр производят визуально. При внешнем осмотре проверить:

- комплектность масс-спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации,
- отсутствие повреждений и дефектов, препятствующих применению масс-спектрометра,
- наличие маркировки и четких обозначений.

8.1.2 Разукомплектованный, имеющий дефекты и отсутствие маркировки масс-спектрометр к дальнейшей поверке не допускается.

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверить правильность функционирования масс-спектрометра и подтвердить соответствие программного обеспечения.

8.2.2 Встроенное программное обеспечение масс-спектрометров идентифицируется при включении, на дисплее ПЭВМ отображается версия программного обеспечения 1.0.0.0.

Проверка идентификационных данных встроенного программного обеспечения масс-спектрометров проводится путем сравнения идентификационных данных на дисплее ПЭВМ с идентификационными данными, указанными в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения масс-спектрометров

Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
TCPtoCAN.exe	1.0.0.0	bf35ba194a0322609832c11138450cdb	MD5 Hasher

8.2.3 Результаты считают положительными, если идентификационные данные программного обеспечения масс-спектрометров соответствуют приведенным в таблице 3.

8.3 Проверка электрического сопротивления изоляции

8.3.1 Подключают мегомметр между объединенными контактами 1 и 2 соединителя X10 блока ППП-ГМ и корпусом масс-спектрометра.

8.3.2 Методика испытаний по ГОСТ Р 52931-2008.

8.3.3 Результаты считают положительными, если электрическое сопротивление изоляции по 8.3.1 в нормальных климатических условиях не менее 20 МОм.

8.4 Проверка разрешающей способности

8.4.1 Подготовить масс-спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4.2 Произвести напуск ГФУ в источник ионов до уровня, при котором значение сигнала пика с массовым числом 333 на четвертом коллекторе будет составлять от 1 до 3 В.

8.4.3 Отключить первый, второй и третий коллекторы.

8.4.4 С помощью специализированного программного комплекса (далее – СПК) настроить масс-спектрометр на максимум разрешающей способности, при этом ток эмиссии должен быть не более 0,6 мА.

8.4.5 Записать масс-спектр пиков от массового числа 330 до массового числа 333 с четвертого коллектора приемника ионов.

8.4.6 Используя СПК измерить расстояние L между центрами пиков 330 а.е.м. и 333 а.е.м., ширину пика l для массового числа 333 на уровне 10 % от его величины.

8.4.7 Определить разрешающую способность R масс-спектрометра по формуле

$$R = \frac{331,5 \cdot L}{3 \cdot l}, \quad (1)$$

где 331,5 - коэффициент, определяемый как среднее арифметическое значение для массовых чисел 330 и 333;

3 - коэффициент, определяемый как разность массовых чисел 330 и 333.

8.4.8 Масс-спектрометр считается выдержавшим проверку, если полученное по формуле (1) значение разрешающей способности R больше или равно 750.

8.5 Проверка порога чувствительности по урану

8.5.1 Подготовить масс-спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.5.2 Произвести напуск ГСО с аттестованным значением атомной доли C_{235} изотопа урана-235 в источник ионов, при этом величина пика масс-спектра с массовым числом 330 на втором коллекторе должна составлять от 0,5 до 2 В.

8.5.3 С помощью процедуры СПК выключить луч и измерить максимальный размах флуктуаций ΔV нулевого уровня сигнала на втором коллекторе в течение одной минуты.

8.5.4 Включить луч и измерить уровень сигнала V , создаваемого ионным током ионов с массовым числом 330 на втором коллекторе.

8.5.5 Рассчитать порог чувствительности ΔI масс-спектрометра по формуле

$$\Delta I = \frac{C_{235} \cdot 2\Delta V}{V}. \quad (2)$$

8.5.6 Масс-спектрометр считается выдержавшим проверку, если полученное по формуле (2) значение порога чувствительности ΔI не превышает $1 \cdot 10^{-5}$.

8.6 Проверка изотопического порога чувствительности

8.6.1 Подготовить масс-спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.6.2 Произвести напуск ГФУ в источник ионов до давления, при котором величина пика с массовым числом 330 на втором коллекторе составляет от 0,5 до 2 В.

8.6.3 С помощью процедуры СПК перевести масс-спектрометр в режим, соответствующий приему ионов с массовым числом 328, определить нулевой уровень сигнала.

8.6.4 С помощью процедуры СПК включить развертку по массам и записать масс-спектр для диапазона массовых чисел от 328 до 332.

8.6.5 Определить значение нулевого уровня сигнала в конце записи.

8.6.6 По записанному масс-спектру определить величины сигнала I_{330} и I_{331} для массовых чисел 330 и 331 соответственно, отсчитывая их от уровня нулевого сигнала, определенного в начале и конце записи.

8.6.7 Рассчитать изотопический порог чувствительности S по формуле

$$C = \frac{I_{331}}{138 \cdot I_{330}}, \quad (3)$$

где 138 – коэффициент, определяемый отношением содержания изотопа урана-238 к содержанию изотопа урана-235 в природном уране.

8.6.8 Масс-спектрометр считается выдержавшим проверку, если полученное по формуле (3) значение изотопического порога чувствительности C не превышает $1 \cdot 10^{-5}$.

8.7 Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана

8.7.1 Подготовить масс-спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.7.2 Подготовить систему напуска для измерений изотопных отношений урана.

8.7.3 Произвести напуск ГСО в источник ионов.

8.7.4 Настроить масс-спектрометр на максимум выхода ионного тока пика с массовым числом 333 на четвертом коллекторе. Интенсивность сигнала на выходе УИТ четвертого коллектора должна быть в диапазоне от 1 до 3 В.

8.7.5 Запустить процедуру измерения изотопного состава урана по ОСТ 95.758-91, записать результаты измерений для каждого изотопа урана.

8.7.6 Повторять пункт 8.7.5 до получения 20 результатов измерений.

8.7.7 Произвести расчет значения СКО случайной составляющей относительной погрешности измерения изотопного состава гексафторида урана S , % для содержания каждого изотопа урана по формуле

$$S = \frac{1}{\bar{C}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (4)$$

где \bar{C}_j – среднее арифметическое результатов измерений атомной доли j -изотопа, %;

C_{ij} – i -результат измерения атомной доли j -изотопа, %;

n – число измерений.

8.7.8 Повторить пункты 8.7.2-8.7.7 для каждого ГСО из таблицы 2.

8.7.9 Масс-спектрометр считается выдержавшим проверку, если полученное по формуле (4) значение СКО случайной составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава гексафторида урана не превышает значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Изотоп урана	Атомная доля, %	Предел допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности, %
уран-235	(0,05-0,5)	0,07
	(0,5-1,0)	0,06
	(1,0-5,0)	0,02
уран-234 или уран-236	(0,001-0,005)	5,0
	(0,005-0,05)	1,0

8.8 Определение систематической составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана

8.8.1 С использованием данных, полученных по 8.7, произвести расчет значения систематической составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана по формуле

$$\theta = \frac{\bar{c}_j - c_{j\text{ат}}}{c_{j\text{ат}}} 100, \quad (5)$$

где $c_{j\text{ат}}$ – аттестованное значение атомной доли j -изотопа в ГСО, %.

8.8.2 Повторить расчет по формуле (5) для каждого ГСО из таблицы 2.

8.8.3 Масс-спектрометр считается выдержавшим проверку, если полученное по формуле (5) значение систематической составляющей относительной погрешности измерения изотопного состава урана в гексафториде урана не превышает значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5

Изотоп урана	Атомная доля, %	Пределы систематической составляющей относительной погрешности, %
уран-235	(0,05-0,5)	$\pm 0,1$
	(0,5-1,0)	$\pm 0,03$
	(1,0-5,0)	$\pm 0,05$
уран-234 или уран-236	(0,001-0,005)	$\pm 5,0$
	(0,005-0,05)	$\pm 2,0$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, представленный в Приложении А, который хранят в организации, проводившей поверку.

9.2 Масс-спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают пригодным к применению.

9.3 При положительных результатах первичной поверки в паспорте на масс-спектрометр производится отметка о поверке. При положительных результатах периодической поверки выдается свидетельство о поверке в соответствии с приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 или делается отметка в паспорте на масс-спектрометр.

9.4 При отрицательных результатах поверки свидетельство о предыдущей поверке аннулируют, оттиски клейма в паспорте гасят, выдают извещение о непригодности масс-спектрометра в соответствии с приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 с указанием причин неисправности, а в паспорте указывают: «К применению не пригоден, подлежит ремонту».

Старший инженер лаборатории 221 ФГУП «УНИИМ»



Васильев А.С.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____

Масс-спектрометр МТИ-350ГМ

Заводской номер:

Принадлежит:

Дата изготовления:

Методика поверки: «ГСИ. Масс-спектрометры МТИ-350ГМ. Методика поверки. МП 47-221-2015»

Средства поверки:

Условия поверки:

Операции поверки:

1 Результаты внешнего осмотра:

2 Результаты опробования:

3 Результаты проверки электрического сопротивления изоляции:

4 Результаты определения разрешающей способности:

5 Результаты определения порога чувствительности по урану

6 Результаты определения изотопического порога чувствительности

7 Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана

8 Определение систематической составляющей относительной погрешности при измерении изотопного состава урана в гексафториде урана

Таблица А.1

Изотоп	Аттестованное значение атомной доли изотопа в ГСО, %	Среднее арифметическое результатов измерений атомной доли изотопа, %	СКО случайной составляющей относительной погрешности, %	Систематическая составляющая относительной погрешности, %
уран-235				
уран-234				
уран-236				

9 Заключение по результатам поверки:

На основании положительных результатов поверки выдано свидетельство о поверке (сделана отметка в паспорте).

На основании отрицательных результатов поверки выдано извещение о непригодности.

№ _____ от _____ 201_ г.

Дата поверки _____ Подпись поверителя _____

Организация, проводившая поверку _____