

## КАЛИБРОВКА ТЕЧЕЙСКАТЕЛЕЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ГЕЛИЕВЫХ

### CALIBRATION OF MASS SPECTROMETRIC HELIUM LEAK DETECTORS

Д.М.Фомин (ORCID: 0000-0002-0264-2491)/D.M.Fomin@vniim.ru,

А.А.Пименова (ORCID: 0000-0003-2016-9607) /A.A.Pimenova@vniim.ru

D.M.Fomin(ORCID: 0000-0002-0264-2491)

A.A.Pimenova(ORCID: 0000-0003-2016-9607)

ВНИИ метрологии им. Д.И.Менделеева. г.Санкт-Петербург

*В статье рассматриваются причины, методы и основные этапы проведения калибровки течеискателей масс-спектрометрических гелиевых. Приведены результаты калибровки течеискателя масс-спектрометрического гелиевого.*

*The article discusses the reasons, methods and main stages of calibration of mass spectrometric helium leak detectors. The results of the calibration of the mass spectrometric helium leak detectors are presented.*

*Ключевые слова: калибровка, масс-спектрометрические гелиевые течеискатели.*

*Keywords: calibration, mass spectrometric helium leak detectors.*

## ВВЕДЕНИЕ

При проведении испытаний на герметичность с применением течеискателей масс-спектрометрических гелиевых часто предприятиями предъявляются требования по измерению натекания гелия от объектов контроля с заданной точностью. В определенных случаях, для метрологического обеспечения течеискателей масс-спектрометрических гелиевых, достаточно проведения процедуры калибровки. При отсутствии метрологического контроля и надзора за течеискателями велика вероятность ошибочного принятия нормы герметичности, что влечет за собой увеличения вероятности возникновения ошибочных решений, как первого, так и второго рода. Ценой ошибки первого рода станут финансовые потери предприятия от признания бракованных изделий бракованными. Цена ошибки второго рода значительно существеннее – человеческая жизнь, человеческое здоровье, потеря дорогостоящего комплекса, составной частью которого оказалось бракованной изделие и т.д. [1].

## МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Калибровка средств измерений - операция, в ходе которой при заданных условиях на первом этапе устанавливают соотношение между значениями величин с неопределенностями измерений, которые обеспечивают эталоны, и соответствующими показаниями с присущими неопределенностями, а на втором этапе на основе этой информации устанавливают соотношение, позволяющее получать результат измерения исходя из показания (Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM 3, 2008), термин 2.39).

Основным отличием калибровки от поверки является то, что при проведении процедуры поверки выполняется подтверждения соответствия средств измерений метрологическим требованиям (данные требования подтверждены в ходе проведения процедуры утверждения типа средства измерения), в процессе процедуры калибровки выполняется определение действительных значений метрологических характеристик средств измерений

Течеискатели масс-спектрометрические гелиевые не предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, могут в добровольном порядке подвергаться калибровке. Калибровка выполняется с использованием эталонов единиц величин, прослеживаемых к государственным первичным эталонам соответствующих единиц величин, а при отсутствии соответствующих государственных первичных эталонов единиц величин - к национальным эталонам единиц величин иностранных государств [2].

Основные требования к проведению калибровки регламентируется межгосударственным стандартом ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». Стандарт регламентирует требования к организационной структуре калибровочных лабораторий, ресурсам (обеспечение помещениями, эталонной базы и персоналу), к непосредственно процессу калибровки, в том числе к оцениванию неопределенности результатов измерений, к системе менеджмента калибровочной лаборатории.

В каких случаях может потребоваться калибровка течеискателей:

- при эксплуатации технических средств не являющиеся средствами измерений, например, течеискателей масс-спектрометрических гелиевых советского производства, например, ПТИ-6, ПТИ-7, ПТИ-10 и др.;
- при эксплуатации течеискателей масс-спектрометрических гелиевых импортного производства не утвержденных в установленном порядке качестве средств измерений;
- калибровка может потребоваться течеискателям утвержденного типа средств измерений для построения калибровочной кривой или таблицы калибровки, в некоторых случаях возможно определение аддитивной или мультипликативной поправки к показаниям с соответствующей неопределённостью.

Результаты калибровки средства измерений, могут быть интерпретированы, при необходимости делаются выводы о соответствии результатов калибровки установленным на калибруемое средство измерений требованиям.

## **РЕЗУЛЬТАТЫ**

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разработан, утвержден и применяется документ на методику калибровки средств измерений единицы потока газа в вакууме в диапазоне значений от  $1 \cdot 10^{-13}$  до  $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ .

Калибровка течеискателей масс-спектрометрических гелиевых, согласно этой методике, выполняется с применением государственного вторичного (рабочего) эталона потока газа в вакууме в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-12}$  до  $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$  (ГВЭТ 49-2-2006) прослеживаемого к ГПСЭ единицы давления для области низких абсолютных давлений в диапазоне от  $1,0 \cdot 10^{-6}$  до  $1,0 \cdot 10^3 \text{ Па}$  (ГЭТ 49-2016), ГПЭ единицы длины – метра (ГЭТ 2-2010), ГПЭ единицы массы – килограмма (ГЭТ 3-2020), ГПЭ единиц времени, частоты и национальной шкалы времени (ГЭТ 1-2018).

Эталон ГВЭТ 49-2-2006 принимал участие в международных сличениях по теме КООМЕТ 295/RU/2002, в данных сличениях ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» являлся пилотной лабораторией, а также в ключевых международных сличениях эталонов единицы потока газа в вакууме по теме ССМ.Р-К12 в которых принимало участие 11 ведущих стран в данной области измерений (Германия, США, Япония, Франция, Китай и др.). На основе полученных результатов эталон ГВЭТ 49-2-2006 подтвердил заявленные метрологические характеристики. Результаты ключевых международных сличений ССМ.Р-К12 опубликованы на сайте Международного бюро мер и весов (BIPM), а также в статье [3]. Основные метрологические характеристики ГВЭТ 49-2-2006 приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Основные метрологические характеристики ГВЭТ 49-2-2006.

Наименование основной метрологической характеристики	Значение
Диапазон воспроизведений (измерений) единицы потока газа в вакууме	от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$
Суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением ( $S_{\Sigma 0}$ ) результата измерений	не более $S_{\Sigma 0} = (0,1 \div 0,015)$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-9} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ ; не более $S_{\Sigma 0} = 0,015$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$

При проведении калибровки в соответствии с методикой калибровки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр;
- опробование;
- процедура калибровки;
- обработка результатов измерений;
- определение расширенной неопределенности воспроизводимого потока;
- оформление результатов калибровки.

При выполнении операции опробование производится проверка минимального потока гелия, регистрируемого течеискателем (чувствительность). При выполнении операции процедура калибровки определяются основные метрологические характеристики течеискателей. Для определения основных метрологических характеристик применяют эталонные меры потока из состава ГВЭТ 49-2-2006. Количество и необходимые значения потоков эталонных мер потока определяется требованиями заказчика. Допускается использование от 1 до 5 меры потока на каждую декаду измерений в соответствии с требованием заказчика. Минимальное количество применяемых мер потока при выполнении калибровки – три. Обработка результатов измерений включает в себя расчет расширенной неопределенности, полученной путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата  $k = 2$ , соответствующего уровню доверия приблизительно равному 95 % при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности производится в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений» (GUM). Также в качестве дополнительной информации производится расчет абсолютной и относительной погрешности течеискателей.

Результаты калибровки оформляют выдачей сертификата калибровки установленной формы. В сертификате о калибровке должны быть приведены:

- заводской номер калибруемого средства измерений;
- наименование предприятия-изготовителя калибруемого средства измерений;
- условия проведения калибровки;
- использованные при калибровке эталоны и/или средства измерений, вспомогательное оборудование;
- значение расширенной неопределенности;
- ФИО лица, проводившего измерения и утвердившего результаты калибровки.

При необходимости делаются выводы о соответствии результатов калибровки течеискателя установленным на средство измерений требованиям. Заключение о соответствии включается в сертификат калибровки при наличии соответствующего запроса в заявке на калибровку, при этом правило принятия решений устанавливается заказчиком по согласованию с калибровочной лабораторией. Правило принятия решения должно быть задокументировано.

В том случае, когда правило принятия решения установлено в нормативной документации, заключение о соответствии в сертификате калибровки приводится со ссылкой на документ, устанавливающий правило принятия решения. Например, если правило принятия решения установлено в методике калибровки, в таком случае, с

заказчиком должно быть согласовано применение конкретной методики калибровки, которая содержит правило принятия решения.

Для примера калибровки течеискателя масс-спектрометрического гелиевого приводится сводная таблица значений, полученных в ходе проведения процедуры калибровки (Таблица 2).

В результате проведения процедуры калибровки должно получиться три измерения для каждой установленной меры потока. Все результаты измерений заносятся в протокол.

Таблица 2.

Определение основных метрологических характеристик						
№		$Q_{ЭТ}$	$Q_{изм}$	$U_{\phi}$	Q	$\Delta_{rel}$
Измерение 1						
$i_1$		$1,9 \cdot 10^{-10}$	$2,2 \cdot 10^{-10}$	$4,2 \cdot 10^{-11}$	$1,8 \cdot 10^{-10}$	-5,8 %
$i_2$		$2,8 \cdot 10^{-9}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	$4,1 \cdot 10^{-11}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	-0,8 %
$i_3$		$2,8 \cdot 10^{-7}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	$7,0 \cdot 10^{-11}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	6,4 %
Измерение 2						
$i_1$		$1,9 \cdot 10^{-10}$	$2,0 \cdot 10^{-10}$	$3,3 \cdot 10^{-11}$	$1,7 \cdot 10^{-10}$	-11,6 %
$i_2$		$2,8 \cdot 10^{-9}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	$4,0 \cdot 10^{-11}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	-0,7 %
$i_3$		$2,8 \cdot 10^{-7}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	$4,8 \cdot 10^{-11}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	6,4 %
Измерение 3						
$i_1$		$1,9 \cdot 10^{-10}$	$2,4 \cdot 10^{-10}$	$3,8 \cdot 10^{-11}$	$2,0 \cdot 10^{-10}$	6,9 %
$i_2$		$2,8 \cdot 10^{-9}$	$2,9 \cdot 10^{-9}$	$3,7 \cdot 10^{-11}$	$2,9 \cdot 10^{-9}$	3,0 %
$i_3$		$2,8 \cdot 10^{-7}$	$3,1 \cdot 10^{-7}$	$7,2 \cdot 10^{-11}$	$3,1 \cdot 10^{-7}$	9,9 %
Примечание: $Q_{ЭТ}$ – значение потока воспроизводимое $i$ -ой эталонной мерой потока, Па·м <sup>3</sup> /с; $Q_{изм.}$ – показания течеискателя при открытом клапане с установленной эталонной мерой потока, Па·м <sup>3</sup> /с; $U_{\phi}$ – фоновый сигнал течеискателя при закрытом клапане с установленной эталонной мерой потока, Па·м <sup>3</sup> /с; Q – измеренное калибруемым течеискателем значение потока, Па·м <sup>3</sup> /с; $\Delta_{rel}$ – относительная погрешность измерений потока, %.						

В таблице 3 представлен пример определения расширенной неопределенности результатов измерений, полученных в процессе процедуры калибровки.

Таблица 3.

Определение расширенной неопределенности измерений.						
Значение эталонной меры потока $Q_{ЭТi}$	Среднее значение относит. погреш. $\bar{\Delta}_{rel(i)}$	Неопределенность типа А $u_A(\bar{Q}_{rel(i)})$	Неопределенность типа В $u_B(Q_{ЭТ(i)})$		Относительная суммарная стандартная неопределенность $u_{rel,c}(\bar{\Delta}_{rel(i)})$	Относительная расширенная неопределенность $U_{rel(0,95)}(\bar{\Delta}_{rel(i)}) (k=2)$
$1,9 \cdot 10^{-10}$	-3,5 %	$1,03 \cdot 10^{-11}$	$4,73 \cdot 10^{-12}$		$1,136 \cdot 10^{-11}$	6,01 %
$2,8 \cdot 10^{-9}$	0,5 %	$3,45 \cdot 10^{-11}$	$4,17 \cdot 10^{-11}$		$5,412 \cdot 10^{-11}$	1,95 %
$2,8 \cdot 10^{-7}$	7,5 %	$3,33 \cdot 10^{-9}$	$4,23 \cdot 10^{-9}$		$5,383 \cdot 10^{-9}$	1,91 %

## ВЫВОДЫ

Разработанная методика опробована и утверждена в установленном порядке, успешно применяется в подразделении ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для калибровки течеискателей масс-спектрометрических гелиевых.

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» выполняет разработку методик калибровки под конкретные задачи заказчика, или проводит согласование разработанной методики. В