

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

**Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»**



С.В. Медведевских

04 _____ 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры оптические эмиссионные с индуктивно связанной плазмой

СПЕКТРО

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 11-241-2017

(с изменением №1)

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.

3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в марте 2017 г., с изменением №1, утвержденным ФГУП «УНИИМ» в апреле 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	5
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 Внешний осмотр	6
	8.2 Опробование	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	11

<p>Государственная система обеспечения единства измерений</p> <p>Спектрометры оптические эмиссионные с индуктивно связанной плазмой SPECTRO</p> <p>Методика поверки</p>	<p>МП 11-241-2017</p>
--	------------------------------

Дата введения в действие: апрель 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптические эмиссионные с индуктивно связанной плазмой SPECTRO: моделей SPECTRO GENESIS, SPECTRO ARCOS и SPECTRO BLUE (далее – спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок как вновь выпускаемых спектрометров, так и находящихся в эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

Раздел 1 (Измененная редакция, изм. № 1).

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, при массовой концентрации элемента не менее 0,5 мг/дм ³	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов	8.3.2	да	да
3.3 Проверка пределов обнаружения контрольных элементов	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Поверка спектрометров проводится только в полном объеме.

Раздел 3 (Измененная редакция, изм. № 1).

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 7877-2000 (массовая концентрация ионов свинца 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0\%$);

- ГСО 7762-2000 (массовая концентрация ионов марганца 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0\%$);

- ГСО 7976-2001 (массовая концентрация ионов мышьяка 0,10 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0\%$).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), %, не более 80

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Идентификационное наименование ПО и номер версии идентифицируется при включении спектрометра или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	Smart Analyzer Vision
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 5.0	-
Цифровой идентификатор ПО	-	-

Таблица 2 (Измененная редакция, изм. № 1).

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Проверку относительного СКО результатов измерений выходного сигнала провести с использованием ГСО контрольных элементов и не менее 2-х растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А (с массовой концентрацией контрольных элементов от 0,5 до 1000 мг/дм³).

Установить режим работы спектрометра в соответствии с РЭ для измерений относительной интенсивности спектральной линии от конкретного элемента ГСО.

Выполнить не менее 10 измерений выходного сигнала каждого ГСО, указанных в 4.1.

По результатам измерений для каждого ГСО и раствора на основе разбавления ГСО вычислить среднее арифметическое выходного сигнала (I_j) и относительное СКО (S_j) результатов измерений выходного сигнала по формулам:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \frac{1}{\bar{I}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (\bar{I}_j - I_{ij})^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

где I_{ij} - результат i -го измерения выходного сигнала j -го элемента, усл. ед.;

n - число измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов

Проверку относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов с использованием ГСО и растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А (Для каждого контрольного элемента приготовить 3 раствора с массовой концентрацией контрольных элементов в диапазоне от 0,5 до 1000 мг/дм³).

Выполнить не менее трех измерений массовой концентрации контрольного элемента в каждом растворе, приготовленном по приложению А. Для каждого случая рассчитать среднее арифметическое (\bar{X}_{ij}) относительную погрешность (δ_{ij}) измерений массовой концентрации контрольных элементов по формулам:

$$\bar{X}_{ij} = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (3)$$

$$\delta_{ij} = \frac{\bar{X}_{ij} - A_j}{A_j} \cdot 100, \quad (4)$$

где X_{ij} - i -ое значение массовой концентрации j -го контрольного элемента в ГСО или растворе, приготовленном по Приложению А, мкг/дм³;

n - число измерений;

A_j - значение массовой концентрации j -го контрольного элемента в ГСО или растворе, приготовленном по Приложению А, мкг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка пределов обнаружения контрольных элементов

Проверку предела обнаружения контрольных элементов (Mn, As, Pb) провести с помощью растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А. Провести не менее трех параллельных измерений интенсивности элементов в приготовленных растворах в соответствии с РЭ.

Пределы обнаружения (Y_j) рассчитать по формуле

$$Y_j = 3 \cdot S_j \cdot \frac{I_{j\text{фона}}}{I_{j\text{пика}} - I_{j\text{фона}}} \cdot C_j, \quad (5)$$

где $I_{j\text{фона}}$ - интенсивность фона j -го элемента, усл. ед.;

$I_{j\text{пика}}$ - интенсивность пика j -го элемента, усл. ед.;

S_j - относительное СКО между результатами не менее 3-х параллельных измерений j -го элемента;

C_j - массовая концентрация j -го элемента в используемом растворе, мкг/дм³.

Полученные значения пределов обнаружения элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели				
	<i>SPECTRO ARCOS</i>		<i>SPECTRO BLUE</i>		<i>SPECTRO GENESIS</i>
Положение плазменной горелки	SOP	EOP	SOP	EOP	SOP
Предел обнаружения контрольных элементов, мкг/дм ³ , не хуже (с распылителем поперечного потока)					
Марганец	0,6	0,3	0,4	0,2	1,0
Мышьяк	10	7,0	8,0	4,0	25
Свинец	11	7,0	12	5,0	25
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, при массовой концентрации не менее 0,5 мг/дм ³ , %	1		1		1
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов, %	± 5		± 5		± 5

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель корпуса спектрометра в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Раздел 9 (Измененная редакция, изм. № 1).

Разработчик:

Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

А.1 Для приготовления растворов на основе разбавления ГСО (далее - растворы) используют:

- ГСО с известными значениями массовой концентрации контрольных элементов;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- колбы мерные по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169.

А.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

А.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрацией элемента.

Растворы приготовить путем последовательного разбавления ГСО.

А.3.1 В чистую, сухую мерную колбу поместить аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 \cdot V_z}{A_2}, \quad (\text{A.1})$$

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации элемента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³; A_2 - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³; V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего спектрометра, дм³.

Примечание: Объем мерной колбы и пипетки для отбора аликвоты выбрать исходя из объема раствора, необходимого для проведения измерений.

А.3.2 Затем колбу заполнить до метки дистиллированной водой, закрыть пробкой и тщательно перемешать.

А.3.3 Растворы на основе разбавления ГСО используют только в день приготовления.

Таблица Б.2 – Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов

Элемент	Результаты измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Среднее арифметическое значение измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Относительная погрешность измерений массовой концентрации контрольных элементов, %	Нормируемые значения относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов, %
Марганец				
Мышьяк				
Свинец				

Таблица Б.3 – Результаты проверки предела обнаружения

Элемент	Предел обнаружения элементов, мкг/дм ³	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Марганец		
Мышьяк		
Свинец		

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____