

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о.директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



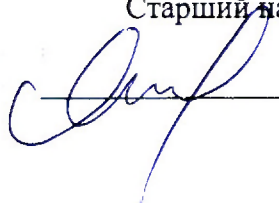
Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой
5110 ICP-OES
Методика поверки
МП 242-2099-2017
(с Изменением №1)

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.В. Колобова

Старший научный сотрудник


М.А. Мешалкин

С.Петербург
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой 5110 ICP-OES и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Операции поверки

N п/п	Наименование операций	Номер пункта методи- ки	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологиче- ских характеристик.	6.4	да	да

Примечание:

При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка спектрометра прекращается и он признается прошедшим поверку с отрицательным результатом.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Стандартные образцы состава водных растворов ионов меди (ГСО 7836-2000), бария (ГСО 7760-2000), цинка (ГСО 7770-2000).
2. Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.
3. Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).
4. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² -33)В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

3.2. Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

3.3. Механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) и отклонения от рабочего положения не допускаются.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя.

Для получения данных, необходимых для поверки, опускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр или сервис-инженера (под контролем поверителя).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора от сети переменного тока;
- осуществить прогрев прибора (не менее двух часов).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование.

Опробование (самотестирование прибора) производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения опробования (тестирования) на экране монитора появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде **Справка (Help)**. В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке **о ПО ICP Expert (About)**, в результате чего откроется окно, в котором приведены название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

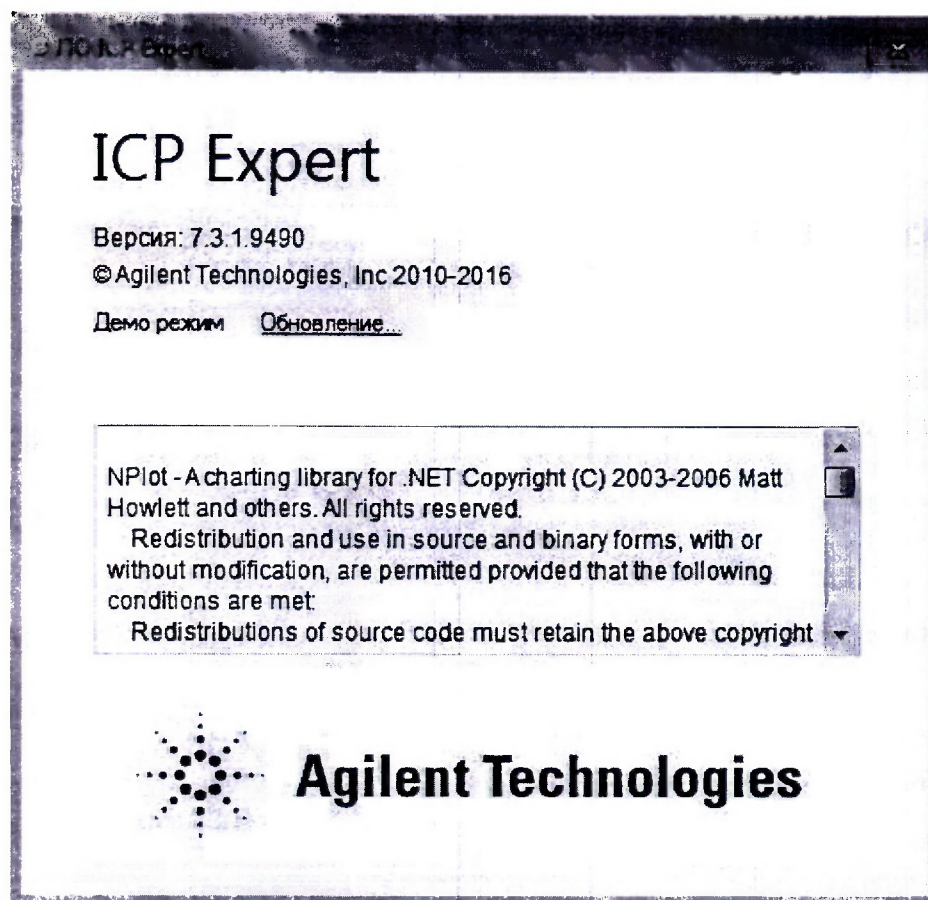


Рис.1 Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 7.3.1.9490.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Для проведения поверки должен быть установлен базовый комплект систем ввода пробы (камера распыления, распылитель, горелка) и заданы параметры работы спектрометров указанные в таблице 2. Параметры носят рекомендационный характер и могут быть оптимизированы в процессе настройки спектрометра для достижения максимальных интенсивностей спектральных линий поверочных элементов.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Таблица 2 – Параметры спектрометра

Объект/процедура	Устанавливаемые параметры	Значение
Плазма	Мощность, передаваемая на плазму	1,20 кВ·А
	Скорость подачи аргона в плазму	14,5 л/мин
	Скорость подачи вспомогательного газа (аргона)	1,5 л/мин
	Скорость подачи аргона через распылитель	0,7 л/мин
	Время одного измерения	10 с
	Время стабилизации	15 с

Измерение образцов	Время задержки	35 с (быстрый насос выкл.)
	Время промывки	0 с (быстрый насос выкл.)
	Скорость вращения насоса	12 об/мин
	Количество измерений (репликаты)	Не менее 10
	Высота точки обзора факела	10
Исходные установки	Тип	Analyte
	Кол-во точек на пик	2
	Метод коррекции фона	None
Положение горелки	Аксиальное наблюдение	Оптимизируется по раствору Mn в программе настройки
	Радиальное наблюдение	Оптимизируется по раствору Mn в программе настройки

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.4.2. Приготовление контрольных растворов.

6.4.2.1. Согласно указаниям приложения 1, из стандартных образцов, указанных в разделе 2, приготовить контрольный раствор №2 на основе воды для лабораторного анализа, содержащий контрольные элементы со следующими массовыми концентрациями:

Cu – 500 мкг/дм³;
Ba – 500 мкг/дм³;
Zn – 500 мкг/дм³

6.4.2.2. Контрольным раствором №1 является вода для лабораторного анализа.

6.4.2.3. Измерения проводятся на длинах волн, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Длины волн контрольных элементов

Элемент	Длина волны, нм
Ba	493,408
Cu	324,754
Zn	213,857

6.4.3. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.3.1. Используя контрольный раствор №2 измерить интенсивность спектральных линий каждого указанного элемента (на длинах волн, указанных в п. 6.4.2.3).

6.4.3.2. Операция по п. 6.4.3.1. будет автоматически повторяться столько раз, сколько задано в параметре «репликаты». При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21 и ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов, при необходимости, проводят дополнительное число измерений.

После окончания измерений и отбраковки выбросов вычислить среднее значение интенсивности каждой линии (\bar{I}_i).

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.4.3.3. По полученным данным для каждого элемента, применяя программное обеспечение спектрометра или электронные таблицы EXCEL, вычислить СКО выходного сигнала (S).

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I}_i)^2}{n-1}} \quad (1)$$

6.4.3.4. Вычислить относительное СКО выходного сигнала (S_r) по формуле:

$$S_r = \frac{S}{I_i} \times 100\% \quad (2)$$

6.4.3.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.3, если ни одно из полученных значений относительного СКО не превышает 0,5 % для аксиального наблюдения и 1,0 % для радиального наблюдения.

6.4.4. Определение пределов обнаружения.

6.4.4.1. Построить градуировочные характеристики с помощью контрольных растворов №1 и №2, указанных в пункте 6.4.1, используя длины волн, указанные в таблице 2.

6.4.4.2. Используя градуировочную характеристику, определить концентрации контрольных элементов (Ba, Cu, Zn), используя в качестве пробы воду для лабораторного анализа (контрольный раствор №1). Определение концентрации каждого элемента будет автоматически проводиться 10 раз.

По полученным результатам вычислить СКО для каждого элемента отдельно. Концентрация, соответствующая пределу обнаружения данного элемента, определяется путем умножения полученной величины СКО на три (3σ).

6.4.4.3. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4.4, если величины, полученные в п.6.4.4.2 не превышают значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 - Пределы обнаружения элементов (по критерию 3σ), мкг/дм³

Элемент	Аксиальная (осевая) схемой наблюдения плазмы (RV Mode)	Радиальная схема наблюдения плазмы (VDV Mode)
Ba ($\lambda = 493,408$ нм)	0,1	0,2
Cu ($\lambda = 324,754$ нм)	0,3	1,0
Zn ($\lambda = 213,857$ нм)	0,3	1,0

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в виде протокола с соблюдением требований установленных организацией, проводящей поверку.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

7.3. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.

Приготовление раствора ионов металлов в дистиллированной воде массовой концентрации 500 мкг/дм³

1. При помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 1 см³ переносят 0,1 см³ каждого стандартного образца с номинальным значением массовой концентрации 1 г/дм³ (действительное значение указано в паспорте) в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 200 см³, разбавляют до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации металла в растворе (C_1 , мг/дм³) вычисляют по формуле:

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k},$$

где C_0 - действительное значение массовой концентрации стандартного образца раствора металла, мг/дм³;

V_0 - объем исходного раствора, использованный для приготовления данного раствора (0,1 см³);

V_k - объем приготовленного раствора (200 см³).