

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ООО «Аналит Продактс»


«__» _____
Г.И.Краева
«Аналит Продактс»
2015 г.


УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д. И.

Менделеева»


«__» _____
Н.И.Ханов
03 2015 г.


Спектрометры параллельного действия
с индуктивно-связанной плазмой атомно-эмиссионные серии ICPE-9800

Методика поверки

МП 203-0122-2015

н.р. 60877-15

Санкт-Петербург
2015г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры параллельного действия с индуктивно-связанной плазмой атомно-эмиссионные серии ICPE-9800 моделей ICPE-9810 и ICPE-9820 фирмы «Shimadzu Corporation» (Япония) и устанавливает методы и средства их первичной поверки перед вводом в эксплуатацию или 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.

№	Наименование операций	Номер пункта МП	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1	Подготовка к поверке	6.1	да	да
2	Внешний осмотр Проверка комплектности Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2 6.2.1	да	да
3	Определение метрологических характеристик	6.3	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Поверочный водный раствор ионов свинца, приготовленный из ГСО 7330-96 или ГСО 7012-93с массовой концентрацией свинца 1 г/дм³.

2.2. Термометр типа ТМ-6 по ГОСТ 112.

2.3. Колбы мерные исполнения 2, вместимостью 100 и 1000 мл, 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

2.4. Пипетки мерные вместимостью, 1 см³, 10 см³, 20 см³ по ГОСТ 29227-91.

Допускается применение других средств поверки, имеющих характеристики не хуже указанных.

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:

- температура окружающего воздуха, °С 18 – 28
- атмосферное давление, кПа 84 – 107
- относительная влажность воздуха, % 20 – 70
- напряжение питания переменного тока, В 220±10%
- частота переменного тока, Гц 49 – 51

3.2. Установка и подготовка прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации к прибору.

Должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» (утвержденные Минэнерго России приказом от 13.01.2003 № 6).

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:
- имеющие опыт поверки оптических средствами измерений;
- изучившие руководство по эксплуатации поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Подготовка к поверке.

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора и прогреть его не менее 6 часов, если он был выключен;
- проверить значение температуры блока спектрометра – 38 °С (отображается в окне ПО);
- приготовить поверочный раствор свинца согласно Приложению А;
- выбрать параметры измерений в соответствии с условиями, указанными в табл. 2.

Таблица 2.

№	Параметр	Значение
1	Время промывки растворителем, с	30
2	Время промывки образцом, с	30 (60)*
3	Время выдержки, с	30
4	Количество измерений	5**
5	Выходная мощность высокочастотного генератора, кВт	1,2
6	Скорость потока газа-носителя, л/мин	0,7
7	Скорость потока дополнительного газа, л/мин	0,7
8	Скорость потока газа плазмы, л/мин	10
9	Режим чувствительности измерения	Высокий
10	Режим калибровочного графика	Метод коррекции фона

* При использовании автодозатора;

** Устанавливается в ПО в таблице измеряемых образцов.

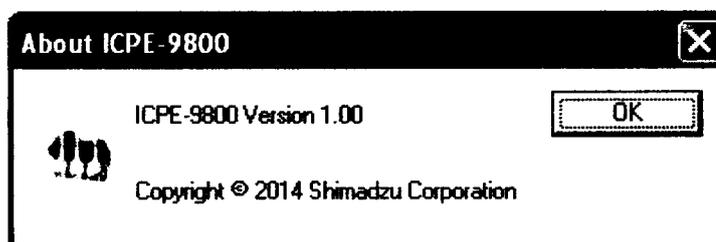
6.2. Внешний осмотр и проверка комплектности.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- правильность размещения прибора в помещении (согласно руководству по эксплуатации).
- соответствие комплектности прибора спецификации.

6.2.1. Подтверждение соответствия программного обеспечения.

В главном меню ПО выбрать «Help» - «About...». Откроется окно с обозначением версии ПО.



Результаты идентификации ПО признают положительными, если версия ПО не ниже приведенной в описании типа – 1.00.

6.3. Определение метрологических характеристик.

Определение метрологических характеристик спектрометра можно начинать не ранее, чем через 30 мин после включения плазмы.

6.3.1. Определение интенсивности излучения I_{Pb} и относительного СКО выходных сигналов.

Проводят измерения интенсивности излучения свинца на длине волны 220,353 нм, в качестве пробы используют поверочный раствор свинца, режим измерений – согласно таблице 2.

Полученные результаты 5-ти измерений обрабатываются с помощью программного обеспечения спектрометра. Среднее значение интенсивности I_{Pb} и относительное выходных сигналов $СКО_{отн}$ отображаются на вкладке «Список результатов».

Результаты определения признают положительными, если среднее значение интенсивности излучения составляет 1500 и более, а относительное СКО выходных сигналов не превышает 2 %.

6.3.2. Определение предела обнаружения.

Проводят измерения интенсивности излучения свинца на длине волны 220,353 нм, в качестве пробы используют бидистиллированную воду.

Полученные результаты 5-ти измерений обрабатывают с помощью программного обеспечения спектрометра. Значение относительного СКО выходного сигнала для бидистиллированной воды $СКО_{вод}$ отображаются на вкладке «Список результатов». Определяют массовую концентрацию свинца в растворе, соответствующую пределу обнаружения $С_{ПО}$, мг/дм³ (3σ-критерий), по формуле:

$$C_{ПО} = \frac{15 * СКО_{вода}}{I_{Pb}}$$

Результаты определения признаются положительными, если предел обнаружения свинца не превышает 0,005 мг/дм³.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляют протокол, форма которого приведена в приложении Б.

7.2. Результаты поверки признают положительными, если прибор удовлетворяет всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке.

7.3. Результаты поверки признают отрицательными, если установлен несоответствие поверяемого прибора хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин.

Руководитель отдела



О.В. Тудоровская

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Методика приготовления контрольного раствора с содержанием свинца 5 мг/дм³.

Пипеткой, вместимостью 1 см³, отбирают 0,5 см³ ГСО (с исходной массовой концентрацией свинца 1,0 г/дм³), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки 0,1 нормальным раствором азотной кислоты, перемешивают.

Срок хранения приготовленного раствора не более одного месяца.

Форма протокола поверки

Серийный номер

Условия проведения поверки:

Температура окружающего воздуха, °С -
Атмосферное давление, кПа -
Относительная влажность, % -
Напряжение питания, В -
Частота тока, Гц -

Средства поверки:

- ГСО _____, срок годности до _____;
- Вода бидистиллированная;
- Колба мерная исполнения 2, вместимостью 100 мл, 2 класса точности по ГОСТ 1770-74;
- Пипетка мерная вместимостью 1 см³ по ГОСТ 29227-91.

Методика поверки: МП 203-0122-2015

Параметры (настройки) спектрометра:

Время промывки растворителем, с	- 30
Время промывки образцом, с	- 30 (60)
Время выдержки, с	- 30
Количество измерений	- 5
Выходная мощность высокочастотного генератора, кВт	- 1,2
Скорость потока газа-носителя, л/мин	- 0,7
Скорость потока дополнительного газа, л/мин	- 0,7
Скорость потока газа плазмы, л/мин	- 10
Длина волны аналитической линии, нм	- 220,353
Режим чувствительности измерения	- высокий
Режим калибровочного графика	- метод коррекции фона

Результаты внешнего осмотра и идентификации ПО: _____

Результаты определения метрологических характеристик:

Рb, 5 мг/дм ³					Бидистиллированная вода				
Интенсивность на линии 220,353 нм					Интенсивность на линии 220,353 нм				
Среднее значение интенсивности I _{рb} :					Среднее значение интенсивности I _{рb} :				
СКО _{отн} выходных сигналов, %:					СКО _{вода} : Предел обнаружения С _{ПО} , мг/дм ³ :				

Заключение по результатам поверки:

Поверитель:

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики для моделей	
	ICPE-9810	ICPE-9820
Спектральный диапазон, нм	167-800	
Обратная линейная дисперсия, нм/мм		
- на длине волны 200 нм	0,21	
- на длине волны 600 нм	0,68	
Предел обнаружения свинца ($\lambda=220,419$ нм), мг/дм ³ , не более	0,005	
Интенсивность излучения (для контрольного раствора с массовой концентрацией свинца 5 мг/дм ³), не менее	1500	
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала (при содержании элементов, превышающем предел обнаружения в 100 и более раз, n=5), %	2	
Напряжение питания, В	200-240	
при частоте, Гц	50-60	
Потребляемая мощность, В·А, не более	6000	
Габаритные размеры, мм	длина	1300
	ширина	660
	высота	720
Масса, кг	210	
Условия эксплуатации:		
Температура окружающей среды, °С	18-28	
Относительная влажность, %	20-70	