

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал
Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина

» июль 2022 г.

**ГСИ. Спектрометры атомно-эмиссионные
с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3000. Методика поверки**

МП 40-241-2022

Екатеринбург
2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
- 2 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. заведующего лабораторией Медведевских М.Ю.
- 3 **СОГЛАСОВАНО** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в июле 2022 г.

| | |
|--|-----------------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Plasma3000 Методика поверки | МП 40-241-2022 |
|--|-----------------------|

Дата введения в действие: июль 2022 г

1 Область применения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3000 (далее – спектрометры) производства «NCS Testing Technology Co.,Ltd.», Китай и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021. Передача единицы массовой (молярной) концентрации компонентов осуществляется методом прямых измерений при построении градуировочных характеристик спектрометра с применением стандартных образцов утвержденного типа.

1.3 Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|--|----------|
| Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, % | 1 |
| Пределы обнаружения (в режиме аксиального обзора), мкг/дм ³ , не более: | |
| - для Cd ($\lambda=214,438\text{nm}$) | 0,2 |
| - для Cu ($\lambda=324,754\text{nm}$) | 0,4 |
| Пределы обнаружения (в режиме радиального обзора), мкг/дм ³ , не более: | |
| - для Cd ($\lambda=214,438\text{nm}$) | 0,5 |
| - для Cu ($\lambda=324,754\text{nm}$) | 1,0 |
| Примечания к таблице – Пределы обнаружения установлены по критерию 3σ | |

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России № 903н от 15.12.2020 г. «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

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

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

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Этапы проведения поверки

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операций при поверке | |
|--|-------------------------------|--|---------------|
| | | первичная | периодическая |
| Внешний осмотр | 7 | да | да |
| Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 8 | да | да |
| Проверка программного обеспечения | 10 | да | да |
| Определение метрологических характеристик средства измерений: пределов допускаемого относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала пределов обнаружения в режиме аксиального обзора в режиме радиального обзора | 11 | да | да |
| | 11.1 | да | да |
| | 11.2 | да | да |
| | 11.3 | да | да |
| Подтверждение метрологических характеристик | 12 | да | да |

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации. В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 15 °С до 35 °С;
- относительная влажность, не более 85 %.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки и требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0.

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

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют стандартные образцы (далее – СО), средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки и требования к ним

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|---|
| Раздел 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений | Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4 | гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04 |
| | Массовая концентрация ионов кадмия 1 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95) | Стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000 |
| | Массовая концентрация ионов меди 1 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95) | Стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7836-2000 |
| Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений | Массовая концентрация ионов кадмия 1 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95) | Стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000 |
| | Массовая концентрация ионов меди 1 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95) | Стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7836-2000 |
| | Вода для лабораторного анализа | 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 |
| | Колбы исполнения 2-1000-2 | 2 класс точности по ГОСТ 1770 |
| | Пипетки исполнения 1-2-1 | 2 класс точности по ГОСТ 29169 |
| | Стакан стеклянный | по ГОСТ 23932 |
| Кислота азотная концентрированная | ч.д.а. по ГОСТ 4461 | |

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений - поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

7.2 В случае если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Опробование

Включают спектрометр и ожидают завершения процедуры самотестирования, которая производится автоматически после включения питания спектрометра и запуска программного обеспечения. В случае успешного прохождения самотестирования на экране монитора появляется стартовое окно программы управления спектрометра.

Для проведения поверки должен быть установлен базовый комплект системы ввода пробы (распылительная камера, распылитель, горелка) и заданы стандартные параметры работы спектрометра в соответствии с РЭ.

Проверяют действие органов управления и регулировки, работоспособность спектрометра в соответствии с РЭ.

8.2 Проверяют соответствие условий проведения поверки приведенным в разделе 4.

8.3 Приготовление контрольных растворов для проведения поверки

Из стандартных образцов, указанных в таблице 3, приготовить контрольные растворы №2 на основе воды для лабораторного анализа, в соответствии с приложением А, содержащие контрольные элементы со следующими массовыми концентрациями:

Cd – 1000 мкг/дм³;

Cu – 1000 мкг/дм³;

и, контрольные растворы №3, содержащие контрольные элементы со следующими массовыми концентрациями:

Cd – 200 мкг/дм³;

Cu – 200 мкг/дм³.

Контрольным раствором №1 является вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверку программного обеспечения (ПО) осуществляют в следующем порядке:

- в главном окне программы в строке команд выбирают значок «?» (Справка/Help);

- в открывшемся окне выбирают значок «ПО» (About)

- в открывшемся окне приведены идентификационное наименование и номер версии (идентификационный номер) ПО.

9.2 Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометров

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|-----------------|
| Идентификационное наименование ПО | ICP Expert |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | не ниже 2.1.0.5 |
| Цифровой идентификатор | - |

9.3 Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.9, если наименование и номер версии ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 При проверке метрологических характеристик спектрометров измерения проводят на длинах волн, указанных в таблице 5.

Таблица 5 – Установки спектрометра при проверке метрологических характеристик - длины волн и обзор плазмы

| № п/п | Элемент | Длина волны, нм | Обзор плазмы |
|-------|-------------|-----------------|-----------------------|
| 1 | Медь (Cu) | 324,754 | Аксиальный/Радиальный |
| 2 | Кадмий (Cd) | 214,438 | Аксиальный/Радиальный |

10.2 Проверка относительного среднеквадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

Определение относительного СКО выходного сигнала проводится по линиям кадмия и меди в вариантах аксиального и радиального способов наблюдения плазмы. При аксиальном наблюдении используется контрольный раствор №3 (приготовленный по Приложению А). При радиальном наблюдении используется контрольный раствор №2 (по Приложению А).

Провести по десять измерений интенсивности спектральной линии (на длинах волн, указанных в таблице 5) последовательно для раствора №2 в режиме радиального наблюдения и раствора №3 в режиме аксиального наблюдения.

10.3 Определение пределов обнаружения.

Построить градуировочные характеристики с помощью контрольных растворов №1 и №3 – для аксиального обзора, и №1 и №2 – для радиального обзора, используя длины волн, указанные в таблице 5 в соответствии с РЭ.

Примечание – Допускается использовать результаты, полученные по 10.2.

Используя полученную градуировочную характеристику, провести десять измерений концентрации контрольных элементов (Cu, Cd), используя в качестве пробы воду для лабораторного анализа (контрольный раствор №1). Время каждого измерения – 30 секунд.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 По результатам измерений для каждого раствора ГСО, полученных по 10.2, вычисляют среднее арифметическое выходного сигнала (\bar{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 - количество измерений выходного сигнала, $n=10$.

Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 По результатам, полученным по 10.3 при проверке предела обнаружения, вычисляют СКО для каждого элемента отдельно по формулам:

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

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum (\bar{X}_j - X_{ij})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

где X_{ij} - результат i -го измерения концентрации j -го элемента, мкг/дм³;

n - количество измерений выходного сигнала, $n=10$.

Концентрация, соответствующая пределу обнаружения данного элемента, определяется путем умножения полученной по (4) величины СКО на три (3σ).

Спектрометр считается прошедшим поверку, если пределы обнаружения, полученные в п.11.2 не превышают значений, указанных в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

12.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца спектрометра) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

12.3 Нанесение знака поверки на спектрометр и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодными к дальнейшей эксплуатации, и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

12.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 № 2906.

И.о.зав. лабораторией 241 УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов на основе разбавления СО

А.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией ионов кадмия 50 мг/дм^3 и меди 50 мкг/дм^3 :

В чистую сухую мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см^3 , при помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 5 см^3 , переносят 5 см^3 стандартного раствора Cd с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм^3 (действительное значение указано в паспорте) и 5 см^3 стандартного раствора Cu с номинальным значением массовой концентрации 1000 мг/дм^3 (действительное значение указано в паспорте), добавляют 1 см^3 концентрированной HNO_3 , разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

А.2 Приготовление контрольного раствора №3 с массовой концентрацией ионов кадмия 200 мкг/дм^3 и меди 200 мкг/дм^3 :

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 200 см^3 , при помощи пипетки переносят $0,8 \text{ см}^3$ промежуточного раствора приготовленного по пункту А.1, добавляют 2 см^3 концентрированной HNO_3 , разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

А.3 Приготовление контрольного раствора №2 с массовой концентрацией ионов кадмия 1000 мкг/дм^3 и меди 1000 мкг/дм^3

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 200 см^3 , при помощи пипетки переносят 4 см^3 промежуточного раствора приготовленного по пункту 1, добавляют 2 см^3 концентрированной HNO_3 , разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.

Примечание:

Аликвотную часть (объем) исходного СО, вычисляют по формуле

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

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации элемента в исходном СО (приведено в паспорте), мкг/дм^3 ;

A_i - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм^3 ;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего спектрометра, дм^3 .