

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



Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

" 21 " 2016 г.

ГОССТАДИОНОВАНО
ГОСРЕЕСТР СВ
2016

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой

PlasmaQuant

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 19-241-2016

и.р. 64852-16

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в апреле 2016 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	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	11

Дата введения в действие: апрель 2016 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой PlasmaQuant PQ 9000 и PlasmaQuant PQ 9000 Elite (далее – спектрометры) производства фирмы «Analytik Jena AG», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

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»

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

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 среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений выходного сигнала	8.3.1	да	да
3.2 Проверка предела обнаружения элементов	8.3.2	да	да

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- СО состава раствора ионов цинка ГСО 7770-2000 (массовая концентрация ионов цинка 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов свинца ГСО 7878-2000 (массовая концентрация ионов свинца 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов кадмия ГСО 7773-2000 (массовая концентрация ионов кадмия 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов никеля ГСО 7111-94 (массовая концентрация ионов никеля 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов марганца ГСО 7875-2000 (массовая концентрация ионов марганца 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов меди ГСО 8210-2002 (массовая концентрация ионов меди 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов натрия ГСО 7439-98 (массовая концентрация ионов натрия 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- СО состава раствора ионов калия ГСО 7771-2000 (массовая концентрация ионов калия 1,0 г/дм³, отн. погрешность $\pm 1,0$ %);
- Аргон чистотой не менее 99,998 %;
- колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770;
- пипетки II класса точности по ГОСТ 29169;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 эксплуатации электроустановок потребителей», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003-91.

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 15 до 35
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 90
- диапазон атмосферного давления, кПа от 84 до 106

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

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

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. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее не появляются сообщений об ошибках.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении спектрометра или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО и номер версии должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ASpect PQ
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 1.0

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений выходного сигнала.

Проверку относительного СКО результатов измерений выходного сигнала провести с использованием ГСО и растворов на основе разбавления ГСО. В соответствии с инструкцией

по применению ГСО и приложением А приготовить поверочный раствор с концентрацией элементов 1000 мкг/дм³.

Провести измерения выходного сигнала для цинка, свинца, кадмия, никеля, марганца и меди при аксиальном обзоре плазмы, для натрия и калия - при радиальном. Установить длины волн, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Длины волн

№ п/п	Элемент	Длина волны, нм
1	Zn	213,856
2	Pb	220,353
3	Cd	226,502
4	Ni	231,604
5	Mn	257,610
6	Cu	327,396
7	Na	589,592
8	K	766,491

Выполнить не менее 5 измерений выходного сигнала каждого из ГСО, указанных в п. 4.1.

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

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

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

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

n - количество измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2 Проверка предела обнаружения элементов.

Провести по десять параллельных измерений выходного сигнала поверочных растворов не менее, чем для трех элементов и холостой пробы (дистиллированной воды) на соответствующих длинах волн (таблица 3).

На основании результатов измерений выходного сигнала холостой пробы (дистиллированной воды) и выходного сигнала поверочного раствора, приготовленного в соответствии с п. 8.3.1 настоящей методики, рассчитать чувствительность (K) по формуле

$$K = \frac{I - I_{хол}}{C}, \quad (3)$$

где C – массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мкг/дм³;

I – среднее арифметическое значение амплитуды выходного сигнала для поверочного раствора, усл. ед.;

$I_{хол}$ – среднее арифметическое значение амплитуды выходного сигнала для холостой пробы, усл. ед.

Рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала холостой пробы (дистиллированной воды) \bar{I}_w

$$\bar{I}_w = \frac{\sum_{i=1}^n I_{iw}}{n}, \quad (4)$$

среднее квадратическое отклонение результата единичного измерения выходного сигнала холостой пробы (дистиллированной воды) (σ_w)

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{iw} - \bar{I}_w)^2}{(n-1)}}, \quad (5)$$

где \bar{I}_w – среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала для холостой пробы (дистиллированной воды),

I_{iw} – результаты i -того измерения выходного сигнала для холостой пробы (дистиллированной воды);

n – число измерений, равное 10,

и предел обнаружения элемента ($C_{пр}$)

$$C_{пр} = \frac{3 \cdot \sigma_w}{K} \quad (6)$$

где K – коэффициент чувствительности, рассчитанный по формуле (3).

Полученные значения пределов обнаружения элементов должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики
I	2
Спектральный диапазон, нм	160 - 900
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %	3,0

Продолжение таблицы 4

1	2
Пределы обнаружения по критерию 3σ , мкг/дм ³ , для:	
- Zn ($\lambda=213,856$ нм) в режиме аксиального обзора	1,0
- Pb ($\lambda=220,353$ нм) в режиме аксиального обзора	3,0
- Cd ($\lambda=226,502$ нм) в режиме аксиального обзора	1,0
- Ni ($\lambda=231,604$ нм) в режиме аксиального обзора	1,0
- Mn ($\lambda=257,610$ нм) в режиме аксиального обзора	1,0
- Cu ($\lambda=327,396$ нм) в режиме аксиального обзора	2,0
- Na ($\lambda=589,592$ нм) в режиме радиального обзора	15
- K ($\lambda=766,491$ нм) в режиме радиального обзора	50

8.3.3 Если спектрометры PlasmaQuant PQ 9000 и PlasmaQuant PQ 9000 Elite используются не в полном спектральном диапазоне измерений (190- 900) нм, допускается поверку проводить в более узком спектральном диапазоне измерений с указанием этого диапазона измерений в свидетельстве о поверке.

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 спектрометра в соответствии с рисунком 1 Описания типа.

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

Разработчик:

Зав. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»


М.Ю. Медведевских

ФГУП «УНИИМ»
ГОСРЕЕСТР СТ
2018

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр эмиссионный модель _____ зав № _____

Документ на поверку: МП 19-241-2016 «ГСИ. Спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой PlasmaQuant. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

- атмосферное давление, кПа _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 Результаты проверки относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Результаты проверки относительного СКО	Элемент							
	Zn	Pb	Cd	Ni	Mn	Cu	Na	K
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>
Результаты измерений выходного сигнала, усл. ед.								
Среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала, усл. ед.								

Продолжение таблицы Б.1

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

А.1 Для приготовления растворов на основе разбавления ГСО (далее - растворы) с известными значениями массовой концентрации элементов используют следующие стандартные образцы:

- ГСО 7875-2000, ГСО 7878-2000, ГСО 7111-94, ГСО 7773-2000, ГСО 7770-2000, ГСО 8210-2002, ГСО 7771-2000, ГСО 7439-98.

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 стандартного образца.

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

$$V = \frac{A_1 \cdot V_2}{A_2}, \quad (\text{А.1})$$

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации элемента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мкг/дм³; A_2 - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мкг/дм³; V_2 - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения проверки соответствующего спектрометра, дм³.

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.