

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»


С.В. Медведевских



" 06 " 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры оптические эмиссионные с индуктивно связанной плазмой

SPECTROGREEN

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 53-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в июне 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ..... | 4 |
| 2 | НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ | 4 |
| 3 | ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ..... | 4 |
| 4 | СРЕДСТВА ПОВЕРКИ..... | 5 |
| 5 | ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ..... | 5 |
| 6 | УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ..... | 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 |

| | |
|--|-----------------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры оптические эмиссионные с индуктивно связанной плазмой SPECTROGREEN Методика поверки | МП 53-241-2019 |
|--|-----------------------|

Дата введения в действие: июнь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптические эмиссионные с индуктивно связанной плазмой SPECTROGREEN (далее - спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», 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» (с изменениями по приказу Минпромторга № 5329 от 28.12.2018)

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 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 среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, при массовой концентрации 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 | 8.3.3 | 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:

- 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

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. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80

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).

Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить к работе в соответствии с паспортом.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометров;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить спектрометр и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных в разделе 4. Убедиться, что спектрометр функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения спектрометра.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|-------------------------------------|------------------|
| Идентификационное наименование ПО | ICP Analyzer Pro |
| Номер версии ПО | - |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, при массовой концентрации не менее 0,5 мг/дм³

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, для ионов мышьяка от 0,5 до 100 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 (\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 - 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, для ионов мышьяка от 0,5 до 100 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}) и 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

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

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

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

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

S_j – относительное СКО между результатами не менее 3-х параллельных измерений j -го элемента, отн. ед.;

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

| Наименование характеристики | Значение для модификации | |
|---|--------------------------|------|
| | SOP | DSOI |
| Предел обнаружения контрольных элементов, мкг/дм ³ , не хуже | | |
| Марганец | 0,4 | 0,3 |
| Мышьяк | 7,0 | 5,0 |
| Свинец | 9,0 | 7,0 |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, при массовой концентрации не менее 0,5 мг/дм ³ , % | 1,0 | 1,0 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации контрольных элементов, % | ± 5 | ± 5 |

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

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.

Разработчик:

Инженер I кат. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»


Зеньков Е.О.

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

Растворы приготовить путем последовательного разбавления ГСО.

А.2.1 В чистую, сухую мерную колбу поместить аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

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

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_2 - 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.2.2 Затем колбу заполнить до метки дистиллированной водой, закрыть пробкой и тщательно перемешать.

А.2.3 Растворы на основе разбавления ГСО используют только в день приготовления.