


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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»




А.Н. Пронин
04 августа 2023 г.

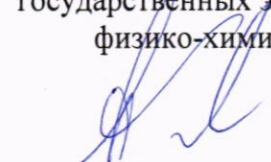
Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно связанной плазмой
EXPEC PlaAr AES

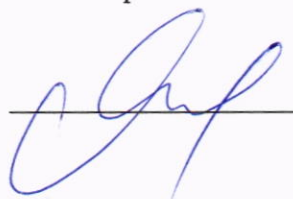
Методика поверки

МП-242-2550-2023

Руководитель
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений


А.В. Колобова

Старший научный сотрудник
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений


М.А. Мешалкин

2023

СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки	4
3. Требования к условиям проведения поверки	4
4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку	4
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
7. Внешний осмотр	6
8. Подготовка к поверке и опробование	7
9. Проверка программного обеспечения	7
10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям	8
11. Оформление результатов поверки	11
ПРИЛОЖЕНИЕ А	12
ПРИЛОЖЕНИЕ Б	14

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES модификаций EXPEC PlaAr AES V, EXPEC PlaAr AES VR, EXPEC PlaAr AES H (далее – спектрометры), и устанавливает методы и средства их поверки.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого спектрометра к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на спектрометрах методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов;

ГЭТ 208-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямое измерение поверяемым средством величины, функционально связанной с величиной, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки на меньшем числе контрольных элементов (не менее трёх элементов) и/или для одного из режимов наблюдения плазмы (только в аксиальном, или только в радиальном режиме наблюдения плазмы) в соответствии с заявлением владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку.

2. Перечень операций поверки

2.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	Первичной поверке	Периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	п. 7
Подготовка к поверке и опробование	да	да	п. 8
Контроль условий поверки	да	да	п. 8
Проверка соответствия программного обеспечения	да	да	п. 9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям			п.10
Определение пределов обнаружения	да	да	п. 10.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	п. 10.2
Определение спектрального диапазона	да	нет	п. 10.3
Подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям	да	да	п. 10.4

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие климатические условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 17 до + 28;
- относительная влажность воздуха, % не более 75.

3.2. При проведении поверки не допускаются механические воздействия (вибрации) на спектрометр, отклонения от рабочего положения, а также не допускается наличие пыли и паров агрессивных веществ, вызывающих коррозию.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1. К проведению поверки допускаются лица, изучившие методику поверки средств измерений, руководство по эксплуатации спектрометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке и имеющие навыки работы со средствами измерений, основанными на спектроскопических методах.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1. При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимым для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры и относительной влажности окружающего воздуха с диапазонами измерений, охватывающими условия поверки по п. 3 и абсолютной погрешностью измерения температуры не более $\pm 1,0$ °C и абсолютной погрешностью измерения относительной влажности не более $\pm 5,0$ %.	Прибор комбинированный Testo 608-H1 (регистрационный номер в ФИФ № 53505-13).
п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям	Стандартные образцы состава растворов ионов: - бария; - марганца; - цинка; - меди; - кадмия; - никеля; - алюминия; - кальция; Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов - от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 1\%$.	1. Стандартный образец состава водного раствора ионов бария ГСО 7107-94/7109-94. 2. Стандартный образец состава раствора ионов марганца ГСО 7443-98. 3. Стандартный образец состава раствора ионов цинка ГСО 7446-98. 4. Стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7764-2000. 5. Стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000. 6. Стандартный образец состава водного раствора ионов никеля ГСО 7873-2000. 7. Стандартный образец состава раствора ионов алюминия ГСО 7927-2001. 8. Стандартный образец состава водного раствора ионов кальция ГСО 8065-94.

Продолжение таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимым для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям	Вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм·см).	Вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм·см).
	Кондуктометр (диапазон измерений не уже чем от 0 до 100 мкСм/см, относительная погрешность не более $\pm 3\%$).	Кондуктометр Profiline модели Cond 3110, рег.№ ФИФ 41927-09.
	Колбы мерные вместимостью 100,00 см ³ не хуже второго класса точности по ГОСТ 1770-74. Пипетки градуированные вместимостью 0,5; 1,0; 5,0 см ³ не хуже второго класса точности по ГОСТ 29227-91.	

- 5.2. Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть поверены, а стандартные образцы иметь действующие паспорта.
- 5.3. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с точностью, необходимой для подтверждения метрологических характеристик поверяемого средства измерений (в том числе и многоэлементных стандартных образцов состава).
- 5.4. При приготовлении контрольных растворов в качестве растворителя используется вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм·см).

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

- 6.1. При проведении поверки спектрометров должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0-75, а также требования руководства по эксплуатации спектрометров.

7. Внешний осмотр

- 7.1. При внешнем осмотре устанавливают соответствие спектрометров следующим требованиям:
- отсутствие видимых дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки;
 - исправность органов управления;
 - соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведённым в описании типа;
 - четкость обозначений и маркировки.
- 7.2. Спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.
- 7.3. В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

8. Подготовка к поверке и опробование

8.1. Подготовка к поверке

- 8.1.1. Перед проведением поверки следует изучить руководство по эксплуатации спектрометра (далее – РЭ) и настоящую методику поверки, провести контроль соответствия условий поверки требованиям раздела 3, а также обеспечить выполнение требований техники безопасности согласно разделу 6 настоящей методики поверки.
- 8.1.2. Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 5 настоящей методики поверки.
- 8.1.3. Подготавливают поверяемый спектрометр в соответствии с РЭ.
- 8.1.4. Перед проведением процедур по определению метрологических характеристик выдерживают спектрометр не менее 40 минут в условиях, указанных в п. 3 настоящей методики поверки.
- 8.1.5. Для проведения поверки должен быть установлен комплект системы ввода пробы (перистальтический насос, трубки перистальтического насоса, распылительная камера, распылитель, плазменная горелка).
- 8.1.6. Готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением А к настоящей методике поверки.

Примечание - Допускается проведение проверки соответствия программного обеспечения (см. раздел 9), не дожидаясь окончания времени прогрева спектрометра.

8.2. Опробование

- 8.2.1. Опробование спектрометра проводится в автоматическом режиме после включения питания. Результаты опробования считают положительными, если после включения питания спектрометра и после запуска управляющего программного обеспечения, в окне «Статус» («Status») отображается текущее состояние спектрометра.

9. Проверка программного обеспечения

- 9.1. Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения спектрометра (далее по тексту п. 9 – ПО).
Идентификационное наименование автономного ПО определяется при запуске автономного ПО. Для получения информации о версии автономного ПО в основном окне ПО необходимо перейти во вкладку «Система» («System») и открыть окно «О программе» («About»).
- 9.2. Для того, чтобы определить версию встроенного программного обеспечения в основном окне программного обеспечения необходимо перейти во вкладку «Обслуживание» («Maintenance») и открыть окно «Параметры прибора» («Instrument parameter»).
- 9.3. Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование ПО соответствует данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, и, если номер версии ПО соответствует данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений или выше.

10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям

10.1. Определение пределов обнаружения.

10.1.1. Перед началом определения в программном обеспечении спектрометра задают параметры в соответствии РЭ.

10.1.2. Для спектрометров, имеющих два режима наблюдения плазмы (аксиальный и радиальный), определение проводят в обоих режимах наблюдения плазмы.

10.1.3. Для спектрометров, имеющих один режим наблюдения плазмы (радиальный), определение проводят только в радиальном режиме наблюдения плазмы.

10.1.4. Проведение измерений в аксиальном режиме наблюдения плазмы.

10.1.4.1. Для проведения измерений в аксиальном режиме наблюдения плазмы используют контрольные растворы следующих концентраций: содержание ионов Ва – 0,5 мг/дм³ (Контрольный раствор 1), содержание ионов Мп – 1 мг/дм³ (Контрольный раствор 2), содержание ионов Zn – 1 мг/дм³ (Контрольный раствор 3), содержание ионов Cu – 1 мг/дм³ (Контрольный раствор 4), содержание ионов Cd – 1 мг/дм³ (Контрольный раствор 5), содержание ионов Ni – 1 мг/дм³ (Контрольный раствор 6).

10.1.4.2. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №1 для аксиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для бария в образце на длине волны 455,403 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.4.3. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №2 для аксиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для марганца в образце на длине волны 257,610 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.4.4. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №3 для аксиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для цинка в образце на длине волны 213,856 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.4.5. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №4 для аксиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для меди в образце на длине волны 324,754 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.4.6. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №5 для аксиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для кадмия в образце на длине волны 228,802 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.4.7. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №6 для аксиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для никеля в образце на длине волны 231,604 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.4.8. Подать на вход в спектрометр воду в качестве пробы. Провести измерения массовых концентраций бария, марганца, цинка, меди, кадмия и никеля в пробе на длинах волн 455,403; 257,610; 213,856; 324,754; 228,802; 231,604 нм, соответственно, не менее 6 раз (6 реплик). Результаты измерений массовой концентрации для каждого элемента, рассчитанные при помощи программного обеспечения, занести в протокол.

10.1.5. Проведение измерений в радиальном режиме наблюдения плазмы.

10.1.5.1. Для проведения измерений в радиальном режиме наблюдения плазмы используют контрольные растворы следующих концентраций: содержание ионов Ва – 5 мг/дм³ (Контрольный раствор 7), содержание ионов Мп – 10 мг/дм³ (Контрольный раствор 8), содер-

жение ионов Zn – 10 мг/дм³ (Контрольный раствор 9), содержание ионов Cu – 10 мг/дм³ (Контрольный раствор 10), содержание ионов Cd – 10 мг/дм³ (Контрольный раствор 11), содержание ионов Ni – 10 мг/дм³ (Контрольный раствор 12).

10.1.5.2. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №7 для радиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для бария в образце на длине волны 455,403 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.5.3. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №8 для радиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для марганца в образце на длине волны 257,610 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.5.4. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №9 для радиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для цинка в образце на длине волны 213,856 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.5.5. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №10 для радиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для меди в образце на длине волны 324,754 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.5.6. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №11 для радиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для кадмия в образце на длине волны 228,802 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.5.7. Последовательно подать на вход спектрометра воду и контрольный раствор №12 для радиального режима наблюдения плазмы, построить градуировочную зависимость для никеля в образце на длине волны 231,604 нм. Количество повторений (реплик): не менее 3.

10.1.5.8. Подать на вход в спектрометр воду в качестве пробы. Провести измерения массовых концентраций бария, марганца, цинка, меди, кадмия и никеля в пробе на длинах волн 455,403; 257,610; 213,856; 324,754; 228,802; 231,604 нм, соответственно, не менее 6 раз (6 реплик). Результаты измерений массовой концентрации для каждого элемента, рассчитанные при помощи программного обеспечения, занести в протокол.

10.1.6. Используя значения, полученные в п.п. 10.1.4. и 10.1.5. настоящей методики проверки, рассчитывают предел обнаружения (ПрО), мкг/дм³, для бария, марганца, цинка, меди, кадмия и никеля на длинах волн 455,403 нм, 257,610 нм, 213,856 нм, 324,754 нм, 228,802 нм, 231,604 нм соответственно, при аксиальном и радиальном режимах наблюдения плазмы с помощью программного обеспечения спектрометра или по формуле (1) (критерий 3σ):

$$\text{ПрО} = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где: n – количество измерений; C_{ij} – j-й результат измерений массовой концентрации i-го элемента в воде, мкг/дм³; \bar{C}_i – среднеарифметическое результатов измерений массовой концентрации i-го элемента в воде, мкг/дм³, рассчитанное по формуле (2)

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{j=1}^n C_{ij}}{n}. \quad (2)$$

10.1.7. При определении пределов обнаружения допускается использовать многоэлементный раствор с содержанием ионов контрольных элементов в соответствии с п. 10.1.4. и 10.1.5, приготовленный из соответствующих ГСО.

10.2. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

10.2.1. Для определения допустимого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала используют значения, полученные в п.п. 10.1.4. и 10.1.5. настоящей методики поверки.

10.2.2. Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала (интенсивностей спектральных линий), S_i , %, для бария, марганца, цинка, меди, кадмия и никеля на длинах волн 455,403 нм, 257,610 нм, 213,856 нм, 324,754 нм, 228,802 нм, 231,604 нм соответственно, при аксиальном и радиальном режимах наблюдения плазмы с помощью программного обеспечения спектрометра или по формуле (3):

$$S_i = \frac{100}{\bar{I}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_i)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где: n – количество измерений; I_{ij} – j -й результат измерений интенсивности i -го элемента в контрольных растворах №№1-6 для аксиального режима наблюдения плазмы, №№7-12 для радиального режима наблюдения плазмы; \bar{I}_i – среднеарифметическое результатов измерений интенсивности линии i -ого элемента в контрольных растворах №№1-6 для аксиального режима наблюдения плазмы, №№7-12 для радиального режима наблюдения плазмы, рассчитанное по формуле (4)

$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ij}}{n}. \quad (4)$$

10.3. Определение спектрального диапазона.

10.3.1. Определение спектрального диапазона осуществляется путем регистрации линий элементов, лежащих вблизи границ спектрального диапазона прибора. Определение проводится при аксиальном режиме наблюдения плазмы для модификаций EXPEC PlaAr AES V и EXPEC PlaAr AES H, и радиальном режиме наблюдения плазмы для модификации EXPEC PlaAr AES VR.

10.3.2. Подать на вход спектрометра контрольный раствор 13.

10.3.3. Используя программное обеспечение спектрометра зарегистрировать и вывести на экран линию алюминия 167,079 нм.

10.3.4. Используя программное обеспечение спектрометра зарегистрировать и вывести на экран линии кальция 854,209 нм и 891,207 нм (только для модификации EXPEC PlaAr AES V).

10.4 Подтверждение соответствия спектрометра метрологическим требованиям

Спектрометр соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, если полученные значения пределов обнаружения и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не превышают значений, указанных в Приложении Б, а также, если спектрометр регистрирует линии алюминия (167,079 нм) и кальция 854,209 нм и 891,207 нм (только для модификации EXPEC PlaAr AES V).

11. Оформление результатов поверки

- 11.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.
- 11.2. Сведения о результатах поверки средства измерений передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации.
- 11.3. При положительных результатах поверки по заявлению владельца или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие спектрометра метрологическим требованиям. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.
- 11.4. При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают, по заявлению владельца или лица, представившего спектрометр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов.

Для приготовления контрольных растворов используются стандартные образцы растворов ионов элементов, указанных в таблице 2 настоящей методики поверки, мерные колбы вместимостью 100,00 см³ не хуже второго класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 0,5, 1,0, 5,0 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 либо дозатор пипеточный одноканальный с допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности не более 2 %. В качестве растворителя используется вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм·см), полученная в результате очистки с помощью любой коммерчески доступной системы очистки воды.

- А.1. Контрольный раствор №1 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов бария с массовой концентрацией элемента 0,5 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №1 отбирают 0,05 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов бария ГСО 7107-94/7109-94 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.2. Контрольный раствор №2 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов марганца с массовой концентрацией элемента 1,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №2 отбирают 0,1 см³ стандартного образца раствора ионов марганца (II) ГСО 7443-98 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.3. Контрольный раствор №3 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов цинка с массовой концентрацией элемента 1,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №3 отбирают 0,1 см³ стандартного образца состава раствора ионов цинка ГСО 7446-98 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.4. Контрольный раствор №4 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов меди с массовой концентрацией элемента 1,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №4 отбирают 0,1 см³ стандартного образца состава раствора ионов меди ГСО 7764-2000 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.5. Контрольный раствор №5 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов кадмия с массовой концентрацией элемента 1,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №5 отбирают 0,1 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.6. Контрольный раствор №6 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов никеля с массовой концентрацией элемента 1,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №6 отбирают 0,1 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов никеля ГСО 7873-2000 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.7. Контрольный раствор №7 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов бария с массовой концентрацией элемента 5,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №7 отбирают 0,5 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов бария ГСО 7107-94/7109-94 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

- А.8. Контрольный раствор №8 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов марганца с массовой концентрацией элемента 10,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №8 отбирают по 1,0 см³ стандартного образца состава раствора ионов марганца (II) ГСО 7443-98 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.9. Контрольный раствор №9 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов цинка с массовой концентрацией элемента 10,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №9 отбирают 1,0 см³ стандартного образца состава раствора ионов цинка ГСО 7446-98 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.10. Контрольный раствор №10 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов меди с массовой концентрацией элемента 10,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №10 отбирают 1,0 см³ стандартного образца состава раствора ионов меди ГСО 7764-2000 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.11. Контрольный раствор №11 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов кадмия с массовой концентрацией элемента 10,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №11 отбирают 1,0 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.12. Контрольный раствор №12 представляет собой одноэлементный водный раствор ионов никеля с массовой концентрацией элемента 10,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №12 отбирают 1,0 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов никеля ГСО 7873-2000 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.13. Контрольный раствор №13 представляет собой смесь одноэлементных водных растворов ионов алюминия и кальция с массовой концентрацией каждого элемента 50,0 мг/дм³. Для приготовления контрольного раствора №13 отбирают по 5,0 см³ стандартного образца состава водных растворов ионов кальция ГСО 8065-94 и стандартного образца состава водных растворов ионов алюминия ГСО 7927-2001, помещают в мерную колбу вместимостью 100,00 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.
- А.14. Все контрольные растворы №№ 1-13 использовать свежеприготовленными.
- А.15. Действительное значение массовой концентрации элемента в растворе C_i , мг/дм³, для контрольных растворов рассчитывают по формуле

$$C_i = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_K}, \quad (1)$$

где C_0 – аттестованное значение массовой концентрации стандартного образца раствора элемента (паспорт СО), мг/дм³;

V_0 – объём исходного раствора стандартного образца, см³;

V_K – объём приготовленного раствора (колбы), см³;

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов не превышает 3%.

Примечание – Допускается приготовление контрольных растворов №№ 1-13 путём последовательного разбавления соответствующих стандартных образцов раствора элемента водой для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм·см).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Таблица Б1 – Метрологические характеристики спектрометров атомно-эмиссионных с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES

Наименование характеристики	Значение для моделей		
	EXPEC PlaAr AES VR	EXPEC PlaAr AES H	EXPEC PlaAr AES V
Спектральный диапазон, нм	от 165 до 870		от 160 до 900
Пределы обнаружения контрольных элементов (по критерию 3σ) при аксиальном наблюдении, мкг/дм ³ , не более: - барий ($\lambda=455,403$ нм) - цинк ($\lambda=213,856$ нм) - марганец ($\lambda=257,610$ нм) - медь ($\lambda=324,754$ нм) - никель ($\lambda=231,604$ нм) - кадмий ($\lambda=228,802$ нм)	—	0,5 2,5 0,5 4,0 5,0 2,0	0,4 1,0 0,5 2,0 2,0 1,0
Пределы обнаружения контрольных элементов (по критерию 3σ) при радиальном наблюдении, мкг/дм ³ , не более: - барий ($\lambda=455,403$ нм) - цинк ($\lambda=213,856$ нм) - марганец ($\lambda=257,610$ нм) - медь ($\lambda=324,754$ нм) - никель ($\lambda=231,604$ нм) - кадмий ($\lambda=228,802$ нм)	2,0 4,0 2,5 7,0 7,0 4,0	2,0 4,0 2,5 7,0 7,0 4,0	2,0 4,0 2,0 7,0 7,0 2,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %, не более: — аксиальное наблюдение — радиальное наблюдение	— 1,0	1,0 1,0	