



Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой
серии iCAP 6000
(модели iCAP 6200 Duo, iCAP 6300 Radial, iCAP 6300 Duo, iCAP 6500 Radial, iCAP 6500 Duo)
фирмы Thermo Fisher Scientific, США.

Методика поверки
МП242-1076-2010

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 М.А. Мешалкин

С.Петербург
2010 г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой серии iCAP 6000 (модели iCAP 6200 Duo, iCAP 6300 Radial, iCAP 6300 Duo, iCAP 6500 Radial, iCAP 6500 Duo) фирмы “Thermo Fisher Scientific”, США и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

N	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
	Опробование.	6.2	да	да
	Определение метрологических характеристик.	6.3	да ¹⁾	да
	Определение метрологических характеристик по нормативному документу на МВИ	-	да ²⁾	нет

Примечания: ¹⁾ Проводится при отсутствии стандартизированной (аттестованной) методики выполнения измерений с использованием спектрометра.

²⁾ Проводится при наличии стандартизированной (аттестованной) методики выполнения измерений с использованием спектрометра.

Согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», допускается проводить периодическую поверку в соответствии с разделами «Контроль точности» аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик выполнения измерений (далее – МВИ) или разделов «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизованных МВИ, реализованных на поверяемом спектрометре (см. примечания к табл.1).

Допускается проведение первичной поверки только с теми детекторами, которые входят в состав комплектации спектрометра в соответствии с заказом. Проведение периодической поверки допускается только с теми детекторами, с которыми спектрометр эксплуатируется в течение межповерочного интервала.

При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка спектрометра прекращается, и он признается прошедшим поверку с отрицательным результатом.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Термометр ТЛ-2-4-Б2 по ГОСТ 28498-90. Диапазон измерений 0 – 50 °С, цена деления 0,1 °С.
2. Барометр-анероид М-110 ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ).

3. Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ).
4. Стандартные образцы состава водных растворов ионов металлов ГСО 6690-93 (Cd), ГСО 7998-93 (Cu), ГСО 8032-94 (Fe)
5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
6. Колбы мерные исполнения 2, вместимостью 100 и 1000 мл, 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.
7. Пипетки мерные вместимостью 0,5 см³, 1 см³, 5 см³, 20 см³ по ГОСТ 29227-91.

Допускается применение других средств поверки, допущенные к применению в установленном порядке и имеющие характеристики не хуже указанных.

Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО - действующие паспорта.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	от 45 до 80 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² ₋₃₃)В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

- 4.2 Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

4.3 Механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) и отклонения от рабочего положения не допускаются.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки и имеющие навык работы с прибором.

Для получения данных, необходимых для поверки опускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр (под контролем поверителя).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора от сети переменного тока;
- осуществить прогрев прибора не менее двух часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации (на русском языке);
- отсутствие механических повреждений корпуса;
- правильность размещения спектрометра в помещении (согласно руководству по эксплуатации).

6.2. Опробование.

Опробование (самотестирование прибора) производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на экране появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Из образцов, указанных в разделе 2. пункт 2.1, готовится контрольный раствор №2 на основе дистиллированной воды, содержащий элементы со следующими концентрациями:

Cd – 1,0 мг/дм³;

Cu – 1,0 мг/дм³;

Fe – 1,0 мг/дм³;

Контрольным раствором №1 является дистиллированная вода.

6.3.3. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.3.1. Используя контрольный раствор №2 измерить интенсивность спектральных линий каждого указанного элемента (на длинах волн, указанных в п. 6.3.3.1).

6.3.3.2. Операцию по п. 6.3.3.1. повторить 10 раз. Вычислить среднее значение интенсивности каждой линии ($\bar{I}_i$).

6.3.3.3. По полученным данным для каждого элемента, применяя программное обеспечение спектрометра или электронные таблицы EXCEL, вычислить СКО выходного сигнала (S).

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I}_i)^2}{n-1}} \quad (1)$$

6.3.3.4. Вычислить относительное СКО выходного сигнала (S_r) по формуле:

$$S_r = \frac{S}{\bar{I}_i} \times 100\% \quad (2)$$

6.3.3.5. Прибор считается выдержавшим поверку по п.6.3.3., если ни одно из полученных значений относительного СКО не превышает 1,0 %.

6.3.4. Определение пределов обнаружения.

6.3.3.1. Построить градуировочные характеристики с помощью контрольных растворов №1 и №2, указанных в пункте 6.3.1, используя следующие длины волн:

Cd – 214,438 нм

Cu – 324,754 нм

Fe – 259,940 нм

6.3.4.1. Используя градуировочную характеристику, определить концентрации элементов Cd, Cu, Fe, используя в качестве пробы дистиллированную воду (контрольный раствор №1). Определение концентрации каждого элемента провести не менее 10 раз.

По полученным результатам вычислить СКО для каждого элемента отдельно. Концентрация, соответствующая пределу обнаружения данного элемента, определяется путем умножения полученной величины СКО на три (3σ).

6.3.4.2. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.3.4, если величины, полученные в соответствии с указаниями п.6.3.4.1. не превышают значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2. Пределы обнаружения элементов (по критерию 3σ), мкг/дм³

Элемент	Аксиальный режим	Радиальный режим
	Предел обнаружения, мкг/дм ³	
Cd	0,2	0,5
Fe	0,5	2
Cu	0,5	1

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными. Результаты поверки регистрируются в протоколе, форма которого представлена в Приложении 1.

7.2. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

Приготовление раствора ионов металлов в дистиллированной воде массовой концентрации 1 мг/дм³

При помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 1 см³ переносят 0,1 см³ каждого стандартного образца с номинальным значением массовой концентрации 1 г/дм³ (действительное значение указано в паспорте) в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, разбавляют до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации металла в растворе (C_1 , мг/см³) вычисляют по формуле:

$$C_1 = C_o \cdot \frac{V_o}{V_k},$$

где C_o - действительное значение массовой концентрации стандартного образца раствора металла, мг/дм³;

V_o - объем исходного раствора, использованный для приготовления данного раствора (0,1 см³);

V_k - объем приготовленного раствора (100 см³).

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол поверки спектрометра эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой
серии iCAP 6000 (модель _____), зав. № _____

1. Принадлежит _____ ИНН _____
2. Условия поверки _____
3. Средства поверки _____
(тип и номер набора, номер свид-ва о поверке)
4. Наименование документа, по которому проведена поверка _____
5. Проверка комплектности _____
6. Опробование _____
7. Определение метрологических характеристик:

а) Пределы обнаружения элементов _____

б) Относительное СКО выходного сигнала _____

в) Характеристика по нормативному документу на МВИ _____

Заключение по результатам поверки: спектрометр удовлетворяет/ не удовлетворяет требованиям методики поверки.

Поверку проводил, должность _____ ФИО
(подпись)