

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ -
Заместитель директора
ФГУП ВНИИОФИ

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

К Руководству по эксплуатации



Н.П.Муравская

2008г.

**Спектрометры эмиссионные
с индуктивно-связанной плазмой OPTIMA
моделей 7000DV, 7100DV, 7200DV, 7300DV, 7300V**

PerkinElmer Inc, США

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ.

л.р. 20781-08

Москва, 2008г

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связной плазмой Optima моделей 7000DV, 7100DV, 7200DV, 7300DV, 7300V фирмы «PerkinElmer Inc» (США) (далее по тексту – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

№ п\п	Наименование операций	Номер пункта методик и поверки	Обязательность выполнения операции	
			При ввозе в страну и после ремонта	При эксплуатации
1	<i>Внешний осмотр.</i>	6.1	Да	Да
2	<i>Поверка сопротивления изоляции.</i>	6.2	Да*	Нет
3	Испытание изоляции на прочность	6.3	Да*	Нет
4	Опробование	6.5	Да	Да
5	Определение метрологических характеристик	6.6	Да	Да

* выполняется после ремонта, связанного полной сборкой-разборкой прибора

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.

2.1. Мегомметр, номинальное напряжение 500 В, класс точности 1, типа М1101.

2.2. Установка для проверки электрической прочности изоляции, мощность 0,25 кВт А, выходное напряжение 1500 В, частота 50 Гц, типа УПО-3000.

2.3. Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Cu (ГСО 8205-2002), Cd (ГСО 7773-2000), Fe (ГСО 7766-2000), Zn (ГСО 8053-94). Относительная погрешность аттестованного значения 1% при доверительной вероятности 0,95.

2.4. Термометр типа ТМ-6 по ГОСТ 112

2.5. Колбы мерные исполнения 2, вместимостью 100 и 1000 мл, 2 класса точности по ГОСТ 1770-74

2.6. Пипетки мерные вместимостью 0,5 см³, 1 см³, 5 см³, 20 см³ по ГОСТ 29227-91.

Допускается применение других средств поверки, имеющие характеристики не хуже указанных.

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

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|----------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 15÷25; |
| - атмосферное давление, кПа | 84÷107; |
| - относительная влажность воздуха, % | 30÷80; |
| - напряжение питания переменного тока, В | 215÷230; |
| - частота переменного тока, Гц | 49÷51 |

3.2. Установка и подготовка прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

Должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984 г.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с оптическими средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора; обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984 г.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации (на русском языке);
- соответствие комплектности прибора спецификации;

- отсутствие механических повреждений корпусов блока;
- правильность размещения спектрометра в помещении (согласно руководству по эксплуатации).

6.2. Проверка сопротивления изоляции.

Проверка сопротивления изоляции первичных электрических цепей проводится с помощью мегомметра типа М1101 на 500 В, подключенного между контактом заземления и каждым контактом вилки. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытание, если сопротивление изоляции не менее 10 Мом.

6.3. Испытание изоляции на электрическую прочность

Испытание изоляции на электрическую прочность проводят с использованием установки типа УПО-3000. Между закороченными контактами сетевой вилки и контактом заземления прикладывают испытательное напряжение 1,5 кВ в течении 1 минуты. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если не произошло электрического пробоя поверхностного перекрытия.

6.4. Подготовка к поверке.

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

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

6.5. Опробование.

При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

6.5.1. Провести полное тестирование работы прибора в соответствии с разделом руководства «Тестирование». Прибор допускается к дальнейшему проведению работ по поверке, если все результаты тестирования положительные.

6.6. Определение метрологических характеристик.

6.6.1. Определение спектрального разрешения.

Значение спектрального разрешения спектрометра определяется по ширине спектральной линии Zn 206,200 нм на уровне 0,5 от максимума линии.

Прибор считается выдержавшим поверку по п. 6.6.1., если измеренное значение не превышает 0,009 нм для модели 7000 DV и 0,007 нм для остальных моделей.

6.6.2. Определение относительной погрешности спектрометра и относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра.

6.6.2.1. Из государственных стандартных образцов в соответствии с Инструкцией по применению ГСО состава водного раствора (Приложение к Паспорту ГСО) готовятся:

- контрольный раствор, содержащий элементы со следующей массовой концентрацией:

$$\text{Cd} - 1,0 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Cu} - 1,0 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Fe} - 1,0 \text{ мг/дм}^3$$

- два градуировочных раствора с концентрациями элементов:

$$\text{Cd} - 0,1 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Cd} - 10,0 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Cu} - 0,1 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Cu} - 10,0 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Fe} - 0,1 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Fe} - 10,0 \text{ мг/дм}^3$$

6.6.2.2. Провести калибровку спектрометра по приготовленным градуировочным и контрольному растворам на следующих длинах волн:

$$\text{Fe} - 259,939 \text{ нм} \quad \text{Cu} - 224,700 \text{ нм} \quad \text{Cd} - 214,440 \text{ нм}$$

6.6.2.3. Провести десятикратное измерение концентрации Fe, Cu, Cd в контрольном растворе на указанных в п.6.6.2.2 длинах волн.

6.6.2.4. По полученным результатам рассчитать:

- среднее арифметическое значение концентрации каждого элемента:

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^{10} C_i}{10}$$

где $C_i, \bar{C}$ - соответственно текущее и среднее значение концентрации.

- относительную погрешность спектрометра для каждого элемента:

$$\Delta = \frac{C_0 - \bar{C}}{C_0} \times 100 \%$$

где C_0 - значение концентрации контрольного раствора

- относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра

$$CKO = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (X_i - \bar{X})^2}{9}}$$

6.6.2.5. Прибор считается выдержавшим поверку по п. 6.6.2., если для всех элементов контрольного раствора относительная погрешность не превышает

$\pm 5\%$, относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра не превышает $2,0\%$

6.6.3. Определение пределов обнаружения.

6.6.3.1. На длинах волн, указанных в п. 6.6.2.2. определить амплитуду (в количестве импульсов) аналитических сигналов при использовании в качестве пробы бидистиллированной или деионизированной воды. Определение амплитуды провести не менее 10 раз.

По полученным результатам вычислить СКО (для каждой длины волны отдельно). Аналитический сигнал, соответствующий пределу обнаружения, определяется путем умножения полученной величины СКО на три (3σ -критерий).

6.6.3.2. Для каждого элемента, используя его градуировочную характеристику, определить концентрацию, соответствующую величине (3σ -критерий).

6.6.3.3. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.6.3., если величины, полученные в соответствии с указаниями п. 6.6.3.2. не превышает значений, указанных в таблице.

Элемент	Радиальная схема наблюдения плазмы	Аксиальная схема наблюдения плазмы
Cd ($\lambda=214.440$)	0,02 мг/дм ³	0,002 мг/дм ³
Cu ($\lambda=224.700$)	0,07 мг/дм ³	0,007 мг/дм ³
Fe ($\lambda=259.939$)	0,06 мг/дм ³	0,006 мг/дм ³

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

- 7.1. Результаты поверки вносятся в протокол, который хранится в организации, проводившей поверку. Форма протокола приведена в приложении А.
- 7.2. При положительных результатах поверки спектрометр признают годным к применению, и на него выдается свидетельство установленной формы.
- 7.3. При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускается, и на него выдается извещение о непригодности спектрометра к работе с указанием причин.

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 200__ года

Средство измерений: _____
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков,

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав. № _____ №/№ _____
Заводские номера блоков

№/№ _____

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки _____

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: _____

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Получены результаты поверки метрологических характеристик: _____

(приводят данные: требования методики поверки / фактически получено при поверке)

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
_____ подписи, ФИО, должность