

УТВЕРЖДАЮ

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



Н.И.Ханов

25 октября 2013 г.

Спектрометры эмиссионные
с индуктивно-связанной плазмой
моделей
iCAP 7200 Duo, iCAP 7400 Radial, iCAP 7400 Duo,
iCAP 7600 Radial, iCAP 7600 Duo

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1630-2013

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

Л.А. Конопелько

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

М.А. Мешалкин

2013 г.

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные моделей iCAP 7200 Duo, iCAP 7400 Radial, iCAP 7400 Duo, iCAP 7600 Radial и iCAP 7600 Duo и определяет методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при поверке	
		Первичной (после ввода в эксплуатацию и после ремонта)	Периодической (в процессе эксплуатации)
1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2. Опробование	6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик	6.4		
4.1 Определение относительного СКО выходного сигнала.	6.4.3	Да	Да
4.2 Определение пределов обнаружения.	6.4.4	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3.	Государственные стандартные образцы водных растворов ионов кадмия и меди.	ГСО 6690-93 (Cd) ГСО 7998-93 (Cu)
2.	6.3.	Вода для лабораторного анализа степени чистоты «1»	ГОСТ Р 52501-2005
3.	6.3.	Колбы мерные на 500 мл, 1000 мл Пипетки мерные	ГОСТ 1770-74 ГОСТ 29227-91
4.	6.3.	Цилиндры мерные 500 мл или 1000 мл	ГОСТ 1770-74
5.	4.	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по реестру СИ РФ)
6.	4.	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по реестру СИ РФ)
7.	4.	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.

Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик спектрометра с требуемой точностью.

Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ, ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на спектрометр.

3.2. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|-----------------------|
| - температура окружающего воздуха | $15 \div 25$ °C |
| - атмосферное давление | $84 \div 106,7$ кПа |
| - относительная влажность воздуха | $30 \div 80$ % |
| - напряжение питающей сети переменного тока | (220^{+22}_{-22}) В |
| - частота | (50 ± 1) Гц. |

При проведении поверки спектрометр должен быть защищен от прямого воздействия ярких источников света.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовить спектрометр к работе в соответствии Руководством по эксплуатации.

5.2 При получении экспериментальных данных, необходимых для проведения поверки, допускается участие операторов, работающих на спектрометре (под контролем поверителя).

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- Наличие маркировки, подтверждающей тип и идентификационный (заводской) номер спектрометра.
- Отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.
- Наличие документов о результатах предыдущей поверки (при периодической поверке).

6.1.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.1, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование.

6.2.1 Опробование спектрометра заключается в его включении, загрузке программы для определения кадмия и меди по линиям 214,438 {157} и 324,754 {104} нм, соответственно.

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

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Определение номера версии (идентификационного номера) ПО осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы Qtegra в строке меню выбрать опцию «Справка» и далее «О программе». В открывшемся окне будут приведены идентификационное название ПО и номер версии, рисунок 1.



Справка по программе
Открыть справку

О программе
Версия 2.1.1367.17

Thermo
SCIENTIFIC

Инструменты

Инструменты для работы с Qtegra



Настройки
Изменить настройки ПО



Зарегистрировать ПО
Зарегистрировать и получить лицензию на ПО
Licensed to InterTech Corporation

Рис.1. Окно с идентификационными данными программы Qtegra

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если версия ПО лежит в диапазоне значений от 2.1. до 5.9. Номер версии ПО может включать в себя дополнительные цифровые и буквенные обозначения, находящиеся после указанных выше значений версии ПО (через точку).

6.4 Определение метрологических характеристик.

Определение пределов обнаружения и относительного СКО выходного сигнала.

6.4.1 Относительное СКО выходного сигнала и пределы обнаружения, определяют для двух элементов в радиальном режиме для спектрометров iCAP 7400 Radial и iCAP 7600 Radial и в аксиальном режиме для спектрометров iCAP 7200 Duo, iCAP 7400 Duo, iCAP 7600 Duo. При измерениях используют длины волн, указанные в п.6.2. Время каждого измерения – 30 секунд.

6.4.2 В соответствии с инструкцией по применению ГСО приготовить поверочный раствор с концентрациями элементов, указанными в таблице 3¹.

Таблица 3

Элемент	Концентрации элемента в поверочном растворе, мкг/дм ³
Cd	500
Cu	500

6.4.3 Определение относительного СКО выходного сигнала (Sr).

6.4.3.1. Провести 10 измерений интенсивности линии определяемого элемента и рассчитать СКО выходного сигнала (S) по формуле:

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

где: $\bar{I}_i$ – среднее арифметическое значение измерений интенсивности линии опреде-

¹ методом разбавления в дистиллированной воде (по объему).

ляемого элемента;

I_i – i -ое значение результата измерений интенсивности линии определяемого элемента;
 n – число измерений ($n=10$).

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

$$S_r = \frac{S}{I_i} \times 100\% \quad (2)$$

Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.4.3, если значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4
ОСКО выходного сигнала

Элемент	Значения ОСКО, %, не более
Cd	1,0
Cu	1,0

6.4.4 Определение пределов обнаружения

6.4.4.1 Построить градуировочные характеристики (для Cd и Cu) с использованием дистиллированной воды и поверочного раствора.

6.4.4.2 Провести 10-и кратное ($n=10$) измерение концентраций определяемых элементов с использованием дистиллированной воды. Время каждого измерения – 30 секунд.

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

6.4.4.4 Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.4.4, если рассчитанные пределы обнаружения не превышают значений, приведенные в таблицах 5 и 6.

Таблица 5
Пределы обнаружения для спектрометров моделей iCAP 7400 Radial и iCAP 7600 Radial

Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³
Cd	0,5
Cu	2,0

Таблица 6
Пределы обнаружения для спектрометров моделей iCAP 7200 Duo, iCAP 7400 Duo и iCAP 7600 Duo

Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
Cd	0,15
Cu	0,30

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки вносятся в протокол, который хранится в организации, проводившей поверку. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении 1.

7.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, 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 к применению с указанием причин.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
спектрометра эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой модели

Заводской №: _____
 Дата выпуска: _____
 Дата поверки: _____
 Владелец _____
 ИНН владельца _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха: _____
 атмосферное давление: _____
 относительная влажность: _____

Поверка проведена по документу:

Для поверки использовались стандартные образцы растворов металлов

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

Наименование параметра	Допускаемое значение параметра по описанию типа	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение о пригодности прибора (годен, не годен)
1	2	3	4
1. Проведение внешнего осмотра	Визуально		
2. Опробование	Визуально		
3. Проверка соответствия ПО			
4 Относительное СКО выходного сигнала.			
5 Предел обнаружения			

Поверитель

Дата поверки