

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
Уральский научно-исследовательский институт метрологии –
филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Соби́на

"27" сентября 2025 г.



«ГСИ. Спектрометры атомно-эмиссионные
с микроволновой плазмой СМ ОПТИК.
Методика поверки»

МП 70-251-2025

г. Екатеринбург
2025 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ – ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные с микроволновой плазмой СМ ОПТИК (далее – спектрометры). Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость спектрометров обеспечивается к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для спектрометра	
	Спектрометр, зав. № 14	Спектрометр, зав. № 15
Предел обнаружения (по критерию 3σ), мг/дм ³ , не более:		
- кобальт (Co, 350,632 нм)	2,0	2,5
- никель (Ni, 349,259 нм)	1,5	4,0
- медь (Cu, 327,396 нм)	1,0	1,0
- хром (Cr, 425,433 нм)	2,0	5,0
- марганец (Mn, 403,076 нм)	1,0	2,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %	3,5	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия;

- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

- ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования;

- ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

- ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – 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	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение предела обнаружения элементов	да	да	11.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка спектрометра прекращается, и выполняются операции по п. 13.4 настоящей методики поверки.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку по отдельным химическим элементам (поверка в сокращенном объеме). Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до + 25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на спектрометры и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометр электронный «CENTER» модели 313, (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Контрольные растворы, приготовленные в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки	
Приложение А	<p>СО состава раствора кобальта: интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации кобальта от 800 до 1200 мг/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 1 %;</p> <p>СО состава раствора меди: интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации меди от 800 до 1200 мг/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 1 %;</p> <p>СО состава раствора марганца: интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации марганца от 800 до 1200 мг/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 1 %;</p> <p>СО состава раствора никеля: интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации никеля от 800 до 1200 мг/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 1 %;</p> <p>СО состава раствора хрома: интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хрома от 800 до 1200 мг/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 1 %</p>	<p>ГСО 10950-2017</p> <p>ГСО 10942-2017</p> <p>ГСО 10954-2017</p> <p>ГСО 11247-2018</p> <p>ГСО 10946-2017</p>
	<p>Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005;</p> <p>Кислота азотная марки ОС.Ч 27-5 по ГОСТ 11125-84;</p> <p>Колбы мерные вместимостью 50,0 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;</p> <p>Пипетки градуированные вместимостью 5,0 см³ не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91;</p> <p>Цилиндр мерный вместимостью 50 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74</p>	

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Дозаторы пипеточные одноканальные варьированного объема в диапазоне от 1000 до 5000 мм ³ , относительная погрешность дозирования не более $\pm 2\%$.	Дозатор пипеточный одноканальный ЛЕНПИПЕТ мод. ДПОП-1-1000-5000 (рег. № 95193-25)
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра.

9.3 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 Задают основные инструментальные параметры работы спектрометра:

Расход плазмообразующего газа (азот), л/мин	от 7 до 10
Расход дополнительного газа (азот), л/мин	от 0,1 до 0,2
Давление распыляющего газа (аргон), бар	от 1,5 до 4,0

Подача проб осуществляется при помощи перистальтического насоса.

9.5 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

9.6 Готовят 2 %-ый раствор азотной кислоты и контрольные растворы в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра.

Для ПО «Градуировка» запускают ПО на управляющем компьютере, в строке команд выбирают пункт «Справка»; в открывшемся меню выбирают пункт «О программе ГРАДУИРОВКА». В открывшемся окне считывают идентификационное наименование ПО и номер версии ПО.

Для ПО «GradSL» запускают ПО на управляющем компьютере; в верхнем правом углу интерфейса ПО нажимают кнопку с изображением графического кружка синего цвета с буквой «i» белого цвета. В открывшемся окне считывают идентификационное наименование ПО и номер версии ПО.

Наименование и номер версии ПО спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение для спектрометра	
	Спектрометр, зав. № 14	Спектрометр, зав. № 15
Идентификационное наименование ПО	Градуировка	GradSL
Номер версии (идентификационный номер) ПО	5.3.X.X ¹⁾	1.X.X.X ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	-	-

¹⁾ «X» не относится к метрологически значимой части ПО и может принимать значения от 0 до 99.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение предела обнаружения элементов

11.1.1 В ПО спектрометров задают контрольные элементы и их длины волн в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Перечень контрольных элементов и длин волн спектральных линий

№ п/п	Элемент	Длина волны, нм
1	кобальт (Co)	350,632
2	никель (Ni)	349,259
3	медь (Cu)	327,396
4	хром (Cr)	425,433
5	марганец (Mn)	403,076

11.1.2 После поджига плазмы выдерживают не менее 10 минут перед началом измерений для стабилизации плазмы, параллельно промывая систему распыления и подачи пробы при помощи 2 %-го раствора азотной кислоты (контрольный раствор № 1), приготовленного в соответствии с п. А.1 Приложения А настоящей методики поверки.

11.1.3 Подают на вход системы ввода спектрометра контрольный раствор № 1 в качестве пробы. Проводят измерения интенсивности спектральных линий выбранных элементов не менее 5 раз. Результаты измерений интенсивности спектральных линий элементов в контрольном растворе № 1 заносят в протокол произвольной формы.

11.1.4 Подают на вход системы ввода спектрометра контрольный раствор № 2. Проводят измерения интенсивности спектральных линий выбранных элементов не менее 5 раз. Результаты измерений интенсивности спектральных линий элементов в контрольном растворе № 2 заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.2.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала проводят по данным, полученным в п 11.1.4.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя результаты измерений, полученные в п. 11.1.4 настоящей методики поверки, рассчитывают среднеарифметическое результатов измерений интенсивности линии i -го элемента в контрольном растворе № 2 (\bar{I}_{2i} , усл. ед.)

$$\bar{I}_{2i} = \frac{\sum_{k=1}^n I_{2ik}}{n}, \quad (1)$$

где n – количество измерений;

I_{2ik} – k -й результат измерений интенсивности линии i -го элемента в контрольном растворе № 2, усл. ед.

12.2 Рассчитывают массовую концентрацию i -го элемента в контрольном растворе № 1 (C_{1ij} , мг/дм³), для каждого измерения, проведенного по п. 11.1.3 настоящей методики поверки

$$C_{1ij} = \frac{C_{2i} \cdot I_{1ij}}{\bar{I}_{2i}}, \quad (2)$$

где C_{2i} – действительное значение массовой концентрации i -го элемента в контрольном растворе № 2, рассчитанное по приложению А к настоящей методике поверки, мг/дм³;

I_{1ij} – j -й результат измерений интенсивности линии i -го элемента в контрольном растворе № 1, полученный по п. 11.1.3 настоящей методики поверки, усл. ед.

12.3 Рассчитывают значения предела обнаружения для i -го элемента ($ПО_i$, мг/дм³) по формуле (критерий 3σ)

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

где n – количество измерений;

\bar{C}_{1i} – среднеарифметическое результатов измерений массовой концентрации i -го элемента в контрольном растворе № 1, мг/дм³, рассчитанное по формуле

$$\bar{C}_{1i} = \frac{\sum_{j=1}^n C_{1ij}}{n}. \quad (4)$$

Полученные значения предела обнаружения спектрометра для контрольных элементов не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12.4 Используя значения, полученные в п. 11.1.4 настоящей методики поверки, рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений интенсивности спектральных линий выбранных элементов в контрольном растворе № 2 S_{2i} , %, по формуле

$$S_{2i} = \frac{100}{\bar{I}_{2i}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (I_{2ik} - \bar{I}_{2i})^2}{n-1}}. \quad (5)$$

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений интенсивности спектральных линий контрольных элементов не должны превышать значения, приведенного в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование спектрометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

**Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



Засухин А.С.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольных растворов используются:

- колбы мерные вместимостью 1000, 50,0 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 с притертой пробкой;
- пипетки градуированные вместимостью 5,0 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91;
- дозаторы пипеточные одноканальные варьируемого объема в диапазоне от 1000 до 5000 мм³, относительная погрешность дозирования не более ± 2 %;
- цилиндр мерный вместимостью 50 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;
- вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005;
- кислота азотная марки ОС.Ч 27-5 по ГОСТ 11125-84;
- стандартные образцы по п. 6.1 настоящей методики поверки.

А.1 Контрольный раствор № 1 представляет собой 2 %-ый раствор азотной кислоты, приготовленный путем разбавления концентрированной кислоты азотной марки ОС.Ч 27-5 по ГОСТ 11125-84 (далее – азотная кислота) в воде для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005 (далее – вода). Для этого в мерную колбу вместимостью 1000 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 наливают примерно 500 см³ воды, вносят 22 см³ азотной кислоты, взятой при помощи цилиндра мерного вместимостью 50 см³ не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74, тщательно перемешивают раствор. После охлаждения колбы доводят уровень раствора до риски водой, снова тщательно перемешивают раствор.

А.2 Контрольный раствор № 2 представляет собой многоэлементный раствор кобальта, никеля, меди, хрома и марганца в 2 %-ой азотной кислоте. Массовая концентрация кобальта, никеля в контрольном растворе № 2 составляет 100 мг/дм³ для каждого элемента; меди, хрома, марганца – 50 мг/дм³ для каждого элемента.

Для приготовления контрольного раствора № 2 при помощи градуированной пипетки отбирают по 5,0 см³ от исходных стандартных образцов кобальта, никеля с массовой концентрацией 1000 мг/дм³ и по 2,5 см³ исходных стандартных образцов меди, хрома, марганца с массовой концентрацией 1000 мг/дм³, помещают отобранные аликвоты в мерную колбу вместимостью 50,0 см³. Доводят объем раствора до риски 2 %-ым раствором азотной кислоты (контрольный раствор № 1). Тщательно перемешивают приготовленный раствор.

А.3 Действительное значение массовой концентрации i -го элемента в контрольном растворе № 2 C_{2i} , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_{2i} = C_{0i} \cdot \frac{V_{0i}}{V_{p-pa}}, \quad (A.1)$$

где C_{0i} – аттестованное значение массовой концентрации стандартного образца раствора i -го элемента (паспорт СО), мг/дм³;

V_{0i} – объем аликвоты исходного раствора стандартного образца i -го элемента, см³;

V_{p-pa} – объем контрольного раствора № 2, см³.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора № 2 не превышает ± 2 %.

Примечание – Допускается приготовление контрольных растворов путем последовательного разбавления соответствующих стандартных образцов раствора элементов 2 %-ой азотной кислотой с иным шагом разбавления.