

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

М.п. \_\_\_\_\_ К.В.Гоголинский

25.04.2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой

Avio 200

Методика поверки

МП 242-2110-2017

Заместитель руководителя отдела  
Государственных эталонов в области  
физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В.Колобова

Старший научный сотрудник

М.А. Мешалкин

С.Петербург  
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Avio 200 и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Операции поверки

N п/п	Наименование операций	Номер пункта методи- ки	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологиче- ских характеристик.	6.4	да	да

Примечание:

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. Стандартные образцы состава водных растворов ионов цинка (ГСО 7770-2000), марганца (ГСО 7762-2000) и никеля (ГСО 7873-2000).
2. Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.
3. Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).
4. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

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:
 

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub> )В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.
- 3.2. Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

3.3. 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, изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя.

Для получения данных, необходимых для поверки, опускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр или сервис-инженера (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 внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

##### 6.2. Опробование.

Опробование (самотестирование прибора) производится автоматически после включения питания спектрометра и запуска программного обеспечения. В случае успешного прохождения опробования (тестирования) на экране монитора появляется стартовое окно программы управления прибором.

##### 6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде **Справка (Help)**. В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке **о ПО** в результате чего откроется окно, в котором приведены название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

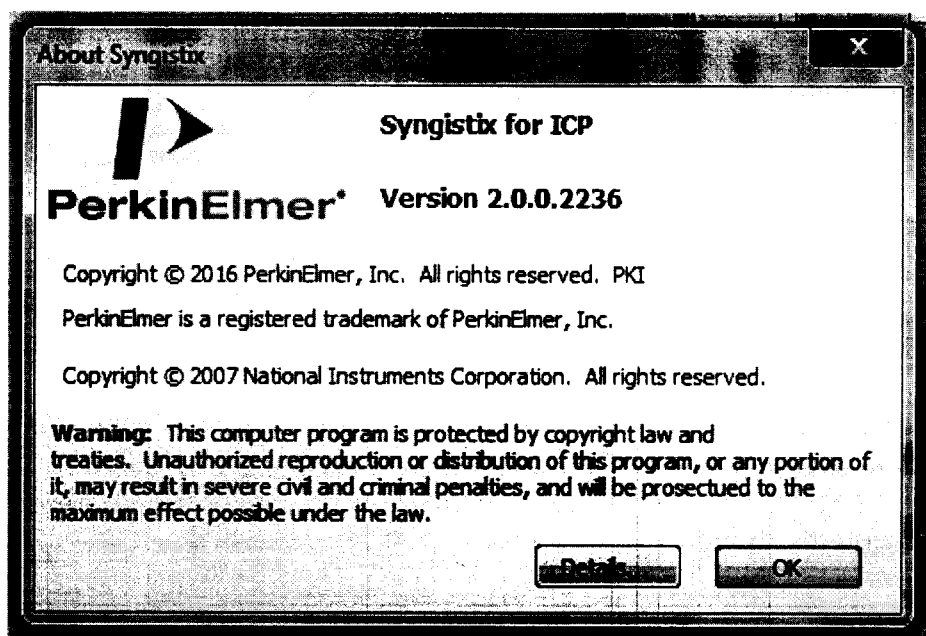


Рис.1 Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 2.0.

#### 6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Для проведения поверки должен быть установлен базовый комплект системы ввода пробы (камера распыления, распылитель, горелка) и заданы стандартные параметры работы спектрометров.

##### 6.4.2. Приготовление контрольных растворов.

6.4.2.1. Согласно указаниям приложения 1, из стандартных образцов, указанных в разделе 2, приготовить контрольный раствор №2 на основе воды для лабораторного анализа, содержащий контрольные элементы со следующими массовыми концентрациями:

Мп – 1000 мкг/дм<sup>3</sup>;  
 Ni – 1000 мкг/дм<sup>3</sup>;  
 Zn – 1000 мкг/дм<sup>3</sup>

6.4.2.2. Контрольным раствором №1 является вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки.

6.4.2.3. Измерения проводятся на длинах волн, указанных в таблице 2.

Таблица 2 – Длины волн контрольных элементов

Элемент	Дина волны, нм
Мп	257,610
Ni	221,648
Zn	213,857

6.4.3. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.3.1. Используя контрольный раствор №2 измерить 10 раз (10 реплик) интенсивность спектральных линий каждого указанного элемента (на длинах волн, указанных в п. 6.4.2.3).

6.4.3.2. Вычислить среднее значение интенсивности каждой линии ( $\bar{I}_i$ ).

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

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

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

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

6.4.3.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.3, если ни одно из полученных значений относительного СКО не превышает 1,0 % для аксиального наблюдения и для радиального наблюдения.

6.4.4. Определение пределов обнаружения.

6.4.4.1. Построить градуировочные характеристики с помощью контрольных растворов №1 и №2, указанных в пункте 6.4.2, используя длины волн, указанные в таблице 2.

6.4.4.2. Используя градуировочную характеристику, определить 10 раз (10 реплик) концентрации контрольных элементов (Mn, Ni, Zn), используя в качестве пробы воду для лабораторного анализа (контрольный раствор №1).

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

6.4.4.3. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4.4, если величины, полученные в п.6.4.4.2 не превышают значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3- Пределы обнаружения элементов (по критерию  $3\sigma$ ), мкг/дм<sup>3</sup>

Элемент	Аксиальная (осевая) схемой наблюдения плазмы	Радиальная схема наблюдения плазмы
Mn ( $\lambda = 257,610$ нм)	1,0	4,0
Ni ( $\lambda = 221,648$ нм)	1,0	4,0
Zn ( $\lambda = 213,857$ нм)	1,0	4,0

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

-результаты опробования и внешнего осмотра;

-результат проверки соответствия ПО;

- результаты определения метрологических характеристик;

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

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.

**Приготовление контрольного раствора №2  
с массовой концентрацией ионов металлов 1000 мкг/дм<sup>3</sup>**

1. При помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят 0,1 см<sup>3</sup> каждого стандартного образца с номинальным значением массовой концентрации 1000 мкг/дм<sup>3</sup> (действительное значение указано в паспорте) в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки и перемешивают.
2. Действительное значение массовой концентрации металла в растворе ( $C_1$ , мкг/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

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

где  $C_o$  - действительное значение массовой концентрации стандартного образца раствора металла, мкг/дм<sup>3</sup>;

$V_o$  - объем исходного раствора, использованный для приготовления данного раствора (0,1 см<sup>3</sup>);

$V_k$  - объем приготовленного раствора (100 см<sup>3</sup>).

**Примечание 1.**

Допускается готовить контрольный раствор №2 с поэтапным разбавлением стандартного образца раствора ионов элементов водой для лабораторного анализа первой степени очистки.