

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**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. Собина
Е.П. Собина

08 " 10 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Спектрометры эмиссионные
с индуктивно-связанной плазмой Avio
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 91-251-2021**

г. Екатеринбург

2021 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**: ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» А.С. Засухин.

3. **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в октябре 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки средства измерений	4
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.....	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	6
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	6
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13	Оформление результатов поверки	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Avio. Методика поверки	МП 91-251-2021
---	-----------------------

Дата введения в действие: _____ 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Avio (далее – спектрометры), выпускаемых фирмой «PerkinElmer, Inc.», США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра:

– к ГЭТ 176-2019 Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии

и (или)

– к ГЭТ 217-2018 Государственному первичному эталону единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов.

в соответствии с действующими поверочными схемами.

1.3 Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

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 Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

Приказ 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».

Приказ Росстандарта Российской Федерации от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

Приказ Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик	11		
Определение предела обнаружения элементов	11.1	да	да
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала	11.2	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да
Оформление результатов поверки	13	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 22 ± 5
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
1	2
Стандартный образец состава раствора марганца (ГСО 10954-2017)	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации марганца от 800 до 1200 мг/дм ³ ; границы погрешности аттестованного значения не хуже ±1 % при P=0,95
Стандартный образец состава раствора цинка (ГСО 11243-2018)	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации марганца от 800 до 1200 мг/дм ³ ; границы погрешности аттестованного значения не хуже ±1 % при P=0,95

Продолжение таблицы 2

1	2
Стандартный образец состава раствора ионов бария (ГСО 7760-2000)	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы погрешности аттестованного значения не хуже ± 1 % при $P=0,95$
Вода для лабораторного анализа	1-ая степень очистки по ГОСТ Р 52501-2005
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт; средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы массовой концентрации поверяемому спектрометру при соблюдении требований по п. 1.2.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ 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 необходимо установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

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 Подготовить спектрометр в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2 Средства поверки готовят к работе в соответствии эксплуатационной документацией СИ и паспортами ГСО. Проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра в соответствии с РЭ.

9.3 Готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра, запуска ПО персональном компьютере и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования:

– в главном окне ПО в строке команд выбрать пункт «Справка» («Help»); в открывшемся меню выбрать пункт «о ПО» («About») – откроется окно, содержащее номер версии ПО и идентификационное наименование ПО.

Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Syngistix for ICP
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 5.0.0.000
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение предела обнаружения элементов

11.2.1 Последовательно подавая на вход спектрометра контрольные растворы № 1 и № 2, построить градуировочные зависимости для марганца, бария и цинка на длинах волн 257,610, 455,403 и 213,857 нм, соответственно, для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы.

11.1.2 Подать на вход спектрометра контрольный раствор № 1 в качестве пробы. Провести измерения массовой концентрации марганца, бария и цинка в пробе на длинах волн 257,610, 455,403 и 213,857 нм, соответственно, не менее 10 раз (10 реплик) для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы.

11.1.3 Рассчитать предел обнаружения ПО, мкг/дм³, для марганца, бария и цинка на длинах волн 257,610, 455,403 и 213,857 нм, соответственно, при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле (критерий 3σ)

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

где n – количество измерений;

C_{ij} – j -й результат измерений массовой концентрации i -го элемента в контрольном растворе № 1, мкг/дм³;

\bar{C}_i – среднеарифметическое результатов измерений массовой концентрации i -го элемента в контрольном растворе № 1, мкг/дм³:

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{j=1}^n C_{ij}}{n}. \quad (2)$$

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.2.1 Подать на вход спектрометра контрольный раствор № 2.

11.2.2 Провести измерения интенсивности спектральной линии цинка на длине волны 213,857 нм не менее 10 раз (10 реплик) для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы.

11.2.3 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений интенсивности (выходного сигнала) S_{Zn} , %, для цинка при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле

$$S_{Zn} = \frac{100}{\bar{I}_{Zn}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{Znj} - \bar{I}_{Zn})^2}{n - 1}}, \quad (3)$$

где n – количество измерений;

I_{Znj} – j -й результат измерений интенсивности линии цинка в контрольном растворе № 2;

\bar{I}_{Zn} – среднеарифметическое результатов измерений интенсивности линии цинка в контрольном растворе № 2:

$$\bar{I}_{Zn} = \frac{\sum_{j=1}^n I_{Znj}}{n}. \quad (4)$$

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.3 Спектрометр считается прошедшим испытание по п. 11.1, если рассчитанные значения предела обнаружения элементов для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы соответствуют данным, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для моделей		
	Avio 220 Max	Avio 550 Max	Avio 560 Max
Пределы обнаружения элементов (по критерию 3σ), мкг/дм ³ , не более			
- марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм)			
аксиальное наблюдение		1,0	
радиальное наблюдение		4,0	
- бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм)			
аксиальное наблюдение		1,0	
радиальное наблюдение		4,0	
- цинка (Zn, $\lambda=213,857$ нм)			
аксиальное наблюдение		1,0	
радиальное наблюдение		4,0	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала ¹⁾ , %		1,0	

¹⁾ Для аксиального и радиального наблюдения по контрольному раствору с массовой концентрацией цинка 1000 мкг/дм³

12.4 Спектрометр считается прошедшим испытание по п. 11.2, если рассчитанное значение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала цинка для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы соответствует данным, приведенным в таблице 4.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 г. № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.С. Засухин

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольных растворов используются стандартные растворы элементов по п. 6 настоящей методики поверки, мерные колбы вместимостью 20,0 и 100,0 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 1 см³ не хуже 2 класса по ГОСТ 29227-91, вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

А.1 Контрольным раствором № 1 является вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

А.2 Контрольный раствор № 2 представляет собой трехэлементный водный раствор марганца, бария и цинка с массовой концентрацией каждого элемента 1000 мкг/дм³. Для приготовления контрольного раствора № 2 при помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см³ отбирают по 0,1 см³ от каждого стандартного образца раствора элемента (ГСО 10954-2017, ГСО 11243-2018, ГСО 7760-2000) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005 (контрольным раствором № 1), тщательно перемешивают. Действительное значение массовой концентрации элемента в растворе C_i , мкг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_i = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (\text{А.1})$$

где C_0 – аттестованное значение массовой концентрации стандартного образца раствора элемента (паспорт СО), мкг/дм³;

V_0 – объем исходного раствора стандартного образца см³;

V_k – объем приготовленного раствора (колбы), см³.

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

Примечание – Допускается приготовление контрольных растворов № 2 и № 3 путем последовательного разбавления соответствующих стандартных образцов раствора элементов водой лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.