

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ»
(ФБУ «РОСТЕСТ – МОСКВА»)

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»



Е.В. Морин

«23» января 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОМЕТРЫ ЭМИССИОННЫЕ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ
ПЛАЗМОЙ PRODIGY МОДЕЛЕЙ PRODIGY PLUS, PRODIGY PLUS GB

Методика поверки

РТ-МП-3574-448-2017

г.Москва

2017 г.

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно – связанной плазмой Prodigy моделей Prodigy Plus, Prodigy Plus GB, изготовленные фирмой "Teledyne Leeman Labs", США (далее - спектрометр), предназначенные для определения массовой концентрации химических элементов в жидких пробах, и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Подготовка к поверке	6	Да	Да
2. Внешний осмотр	7.1	Да	Да
3.Опробование	7.2	Да	Да
4. Определение допускаемой относительной основной погрешности измерений массовой концентрации химических элементов в диапазоне от 0,5 до 5,0 мг/дм ³	7.3	Да	Да
5.Определение предела обнаружения	7.4	Да	Да
6. Оформление результатов поверки	8	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют средства измерений и вспомогательные устройства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства измерений

Номер пункта	Наименование и тип основных и вспомогательных средств поверки
7.3	Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72 Государственные стандартные образцы водного раствора ионов кадмия (ГСО 7773-2000), железа (ГСО 7766-2000), меди (ГСО 7764-2000). Массовая концентрация элементов 1,0 мг/дм ³ . Относительная погрешность аттестованного значения при доверительной вероятности P=0,95 1 %. Мерные колбы 2 – го класса точности ГОСТ 1770 – 74, пипетки мерные 2 – го класса точности ГОСТ 29228 – 81.
П р и м е ч а н и е – Допускается применение других средств поверки с метрологическими характеристиками, обеспечивающими требуемые точности измерений	

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускают поверителей, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации наверяемое средство измерений, имеющих стаж работы по данному виду измерений не менее одного года.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки спектрометра должны соблюдаться требования безопасности согласно эксплуатационной документации, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем спектрометры.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1. Поверка спектрометра должна проводиться при следующих внешних условиях:

температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25,
относительная влажность, %	до 80,
напряжение питания, В	220 + 22/-33
частота, Гц	50 ± 1

5.2. В помещении, где производится поверка, не должно быть повышенных уровней электромагнитного излучения, шума и вибрации.

5.3. Не допускается попадание на спектрометр прямых солнечных лучей.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Для проведения поверки представляется следующая документация:

- руководство по эксплуатации;
- описание типа;
- методика поверки.

6.2. Подготовить спектрометр к работе согласно руководства по его эксплуатации.

6.3. Приготовить поверочные растворы в соответствии с процедурой приготовления растворов (Приложение 1).

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса, ручек управления и соединительных проводов;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер прибора).

7.2. Опробование.

7.2.1 Опробование проводится по п. 10 РЭ.

При опробовании должно быть установлено:

- правильность работы управляющей программы, правильность отработки аварийных сообщений при проведении измерений;
- правильность выводимой на дисплей информации.

7.2.2 Провести идентификацию ПО.

При печати результатов измерения на бланке печатается идентификатор ПО, который должен совпадать с заводским номером СИ.

Результат опробования считается положительным, если заданная программа измерения выполняется без сбоев и идентификатор ПО соответствует поверяемому СИ.

7.3. Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации химических элементов в водных растворах

Для определения относительной погрешности измерений готовят растворы, содержащие элементы: железо, медь и кадмий с концентрацией: (0,50; 2,50; 5,0) мг/дм³ (Приложение 1).

Время экспозиции должно составлять 60 с.

7.3.1. В соответствии с руководством по эксплуатации п. 4.8.3 РЭ построить градуировочные кривые по концентрациям (0,50; 2,50; 5,0) мг/дм³ для каждого элемента

7.3.2. Для каждого *i*-го раствора с концентрациями в диапазоне построенной градуировочных кривых сделать по 5 определений концентраций растворов C_i .

7.3.3. Рассчитать относительные погрешности для каждого измерения каждого поверочного раствора для каждого элемента

$$\Theta_i = (C_i - C_d) / C_d \times 100, \%$$

где C_d - действительное значение концентрации элемента в поверочном растворе.

Результат поверки считается положительным, если каждое полученное значение погрешности измерения не превышает 5,0%

7.4. Определение предела обнаружения

Предел обнаружения определяют на дистиллированной воде.

Провести 10 измерений дистиллированной воды.

По построенным градуировочным характеристикам определить массовую концентрацию каждого элемента (Fe, Cu, Cd) в дистиллированной воде.

За предел обнаружения (P_d) принимается утроенное среднее квадратическое отклонение (СКО), вычисленное из десяти последовательных измерений дистиллированной воды.

$$P_d = 3 \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}, \text{ мкг/дм}^3$$

C - результат *i*-го наблюдения, мкг/дм³;

\bar{C} - результат измерения, мкг/дм³;

n - число наблюдений.

При конфигурации спектрометра опцией двойного наблюдения поверяется только осевой способ наблюдения.

Результат поверки считается положительным, если полученное значение P_d не превышает значений, мкг/дм³:

Предел обнаружения, мкг/дм ³			
Элемент	Длина волны, нм	Способ наблюдения	
		Осевой	Радиальный
Fe	259,940	0,6	1,8
Cu	324,754		1,5
Cd	228,802		2,0

8. Оформление результатов поверки.

8.1. При положительных результатах поверки спектрометр признается годным, и на него выдаётся свидетельство о поверке по форме, согласно приказа 1815 Минпромторга России.


Знак поверки наносится на свидетельство.

8.2. Спектрометр, не удовлетворяющий хотя бы одному из требований п.п.7.1 – 7.4 настоящей методики, признается непригодным. Отрицательные результаты поверки оформляются выдачей извещения о непригодности с указанием причин.

Начальник лаборатории 448
ФБУ «Ростест – Москва»


А.В. Квачев

Инженер по метрологии
1 категории лаб.448
ФБУ «Ростест – Москва»


В.А.Механникова

Приложение 1
(обязательное)

Процедура приготовления поверочных растворов

Для приготовления поверочных растворов используются государственные стандартные образцы водного раствора ионов кадмия (ГСО 7773-2000), железа (ГСО 7766-2000), меди (ГСО 7774-2000). Массовая концентрация элементов 1,0 мг/дм³.

1. Подготовка мерной посуды.

Мерные колбы, используемые для приготовления растворов, заполнить на 0,5 объема бидистиллированной водой, внести 5 см³ концентрированной азотной кислоты и тщательно перемешать, промывая колбы. Слив раствор кислоты, колбы промыть бидистиллированной водой и высушить.

2. Приготовление поверочных растворов.

В мерную колбу, заполненную на 0,5 объема дистиллированной водой, вносят аликвоту каждого исходного раствора, объем в колбе заполняют до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов проводят в соответствии с таблицей.

Таблица.

№ п/п	Концентрация элемента в исходном растворе, мг/дм ³	Вместимость пипетки, см ³	Вместимость колбы, см ³	Концентрация элемента в полученном растворе, мг/дм ³	Относительная погрешность, %
1.	1000	1	100	10	1,2
2.	10	50	100	5,0	2,0
3.	5,0	50	100	2,50	
4.	5,0	10	100	0,50	

4. Погрешность приготовления растворов.

Погрешность приготовления растворов определяется по формуле:

$$\Theta = \sqrt{\Theta_0^2 + \Theta_{in}^2 + \Theta_{ik}^2 + 2\Theta_t^2},$$

где: Θ_0 - относительная погрешность аттестованного значения ГСО;

Θ_{in} - относительная погрешность мерной пипетки на i-м этапе разбавления;

Θ_{ik} - относительная погрешность мерной колбы на i-м этапе разбавления;

Θ_t - относительная погрешность, вызванная отклонением температуры от 20 °С на 5 °С. Множитель 2 показывает, что при приготовлении раствора температура может изменяться дважды - в мерной пипетке и в мерной колбе ($\Theta_t = 0,103\%$).

Приложение 2
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №

Средство измерений	<i>Спектрометр эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой</i>
Тип прибора и зав. номер	<i>Prodigy модель</i>
Принадлежащее	
Средства поверки:	<i>1. ГСО состава водных растворов ионов химических элементов</i> <i>2. Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29228-81</i> <i>3. Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74</i>
Условия поверки:	
Результаты поверки:	<i>1. Внешний осмотр ——— годен (брак)</i> <i>2. Опробование ——— годен (брак)</i> <i>3. Определение относительной погрешности измерения</i> <i>4. Определение предела обнаружения</i>

3. Определение относительной погрешности измерения

Максимальная относительная погрешность измерений, %	
Предел допускаемой относительной погрешности измерений, %	5,0

4. Определение предела обнаружения.

Предел обнаружения, мкг/дм ³					
Элемент	Длина волны, нм	Способ наблюдения			
		Осевой		Радиальный	
		Полученное значение	Допускаемое значение	Полученное значение	Допускаемое значение
Fe	259,940		0,6		1,8
Cu	324,754				1,5
Cd	228,802				2,0

Заключение

Спектрометр признан годным (непригодным) к применению

Поверитель

подпись

Ф.И.О.

«

»

20 г.