

«СОГЛАСОВАНО»

Заместитель директора
ФГУП ВНИИОФИ

_____/Н.П.Муравская/

«17» ноября 2011 г.



**Государственная система обеспечения единства измерения
Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной
плазмой Optima модели 8000 и 8300**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 71.Д4-11*

* - Издание (июль 2015г.) с Изменением №1, утвержденным в июле 2015г.

2.р-49669-12

г. Москва
2011 г

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Optima модели 8000 и 8300 (далее по тексту - спектрометры) производства «PerkinElmer Inc.», США и определяет методы и средства их первичной и периодической поверок.

Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой подлежат первичной поверке перед вводом в эксплуатацию и периодической поверке в процессе эксплуатации или после ремонта.

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 ввозе в страну и после ремонта	В процессе эксплуатации
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Проверка идентификационных данных ПО	6.3	Да	Да
Опробование	6.4	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.5	Да	Да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

№ пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
6.5	Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Cd (ГСО 7773-2000), Cu (ГСО 7764-2000), Fe (ГСО 7766-2000), Zn (ГСО 7770-2000)	Массовая концентрация ионов металлов Cd, Cu, Fe, Zn, 1,0 мг/см ³ . Погрешность измерения концентрации 1% при доверительной вероятности p=0,95.
6.5	Меры вместимости по ГОСТ 29227,	Класс точности 2

	29169, 1770	
3.1	Термогигрометр электронный «CENTER» модели 315 фирмы CENTER Technology Corp, Тайвань	Диапазон измерений температуры -20 ÷ +60 °С, цена деления 0,1 °С. Предел погрешности измерения ± 0,8 °С. Диапазон измерений относительной влажности 10 ÷ 100 %, цена деления 0,1 %. Предел погрешности измерения ±3%

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определенные характеристики с требуемой точностью.

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

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 25±2
- относительная влажность воздуха, % 20 ÷ 80
- атмосферное давление, мм.рт.ст. 760±35
- напряжение питающей сети переменного тока, В 220 ÷ 240
- при частоте, Гц 50 ÷ 60.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Установка и подготовка спектрометра к работе, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении поверочных измерений осуществляется в соответствии с требованиями технического руководства спектрометра.

4.2. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, установленные ГОСТ 12.1.007, ГОСТ Р 12.1.019, ГОСТ 12.1.004, а также приведённые в техническом руководстве спектрометра.

4.3. Поверка спектрометра должна проводиться с соблюдением требований:

- «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором;
- «Правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденных Госгортехнадзором.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1. К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и техническое руководство спектрометра;
- имеющие навык работы в химической или биохимической лаборатории;
- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-90 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984;
(Измененная редакция, Изм. №1)

- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории;
- аттестованные в качестве поверителей в соответствии с ПР 50.2.012.

5.2. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в техническом руководстве спектрометра.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентификационный номер спектрометра.
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.
- соответствие фактической комплектности спектрометра указанной в руководстве по эксплуатации (без запасных частей).
- наличие документов о результатах предыдущей поверки (при проведении периодической поверки).

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

6.2. Подготовка к поверке

6.2.1. Все действия с спектрометром осуществляются только в соответствии с его техническим описанием и техническим руководством.

6.2.2 Если это не выполнено ранее, перед поверкой должны быть выполнены следующие операции:

- запустить программное обеспечение **Syngistix for ICP** с персонального компьютера;

(Измененная редакция, Изм. №1)

- включить питание от сети переменного тока и сетевые тумблеры на спектрометре;
- включить подачу аргона;
- осуществить прогрев при включенной плазме не менее двух часов;
- подготовить контрольные растворы.

6.3. Проверка идентификационных данных ПО

6.3.1. Идентификационные данные программного обеспечения должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Syngistix for ICP
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

(Измененная редакция, Изм. №1)

6.3.2. Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

6.3.3. Если данные требования не выполняются, то спектрометр считается непригодным к применению, к эксплуатации не допускается, выписывается свидетельство о непригодности, дальнейшие пункты методики не выполняются.

6.4. Опробование

6.4.1. При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

- проверка общего функционирования прибора.

6.4.2. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если спектрометр соответствует технической документации фирмы-производителя.

6.5. Определение метрологических характеристик

Для определения метрологических характеристик следует подготовить контрольные растворы в соответствии с инструкцией по применению ГСО и в соответствии с требованиями данной Методики поверки.

6.5.1. Определение спектрального разрешения.

6.5.1.1. Значение спектрального разрешения спектрометра определяется по ширине спектральной линии близкой к 200,000 нм, на уровне 0,5 от максимума линии.

6.5.1.2. Из государственного стандартного образца Zn путем разбавления приготовить контрольный раствор с концентрацией 1 мг/дм³. Установить длину волны 206, 200 НМ. Произвести измерение контрольного образца.

6.5.1.3. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.5.1, если измеренное значение не превышает 0,009 нм для модели 8000 и 0,006 нм для модели 8300.

6.5.2. Определение относительной погрешности

6.5.2.1. В соответствии с инструкцией по применению ГСО, приготовить градуировочные растворы с концентрациями представленными в таблице 4. В соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра провести его калибровку.

Таблица 4

Элемент	Концентрации градуировочных растворов, мг/дм ³
Cd	0,25; 0,5; 1,0.
Cu	0,25; 0,5; 1,0.
Fe	0,25; 0,5; 1,0.

6.5.2.2. В соответствии с инструкцией по применению ГСО, приготовить контрольные растворы с концентрациями представленными

в таблице 5. Провести десятикратное ($n=10$) измерение концентрации контрольного раствора, на указанных длинах волн.

Таблица 5

Элемент	Длина волн, нм	Концентрации градуировочных растворов, мг/дм ³
Cd	214,440	0,25 или 0,5
Cu	224,700	0,25 или 0,5
Fe	259,939	0,25 или 0,5

6.5.2.3. По полученным результатам рассчитать среднее арифметическое значение концентрации каждого элемента по формуле (1):

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (1)$$

где C_i – текущее значение концентрации определяемого элемента, мг/дм³;

n – количество измерений, $n = 10$.

6.5.2.4. Относительная погрешность (Δ) спектрометра для каждого элемента вычисляется по формуле (2):

$$\Delta = \frac{C_0 - \bar{C}}{C_0} \cdot 100\% \quad (2)$$

где C_0 – значение концентрации контрольного раствора, мг/дм³;

\bar{C} – среднее значение концентрации определяемого элемента, мг/дм³.

6.5.2.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.5.2.4, если полученное значение относительной погрешности (Δ), для определяемого элемента не превышает $\pm 5\%$.

6.5.3. Определение относительной СКО случайной составляющей погрешности

6.5.3.1. Относительную СКО случайной составляющей погрешности (S) спектрометра для определяемого элемента вычисляется по формуле (3):

$$S = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}} \quad (3)$$

6.5.3.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.5.3., если полученное значение S , для определяемого элемента не превышает 2,0%.

6.5.4. Определение пределов обнаружения

6.5.4.1. Для каждого элемента, на длинах волн указанных в таблице 6, определить амплитуду (в количестве импульсов) аналитических сигналов при использовании в качестве пробы бидистиллированную воду. Определение амплитуды провести не менее 10 раз ($n = 10$).

6.5.4.2. По полученным результатам, для каждого элемента, рассчитать СКО, по формуле (4):

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{iw} - \bar{X}_w)^2}{(n-1)}} \quad (4)$$

где \bar{X} - среднее значение количества импульсов при измерении бидистиллированной воды, имп/с;

6.5.4.3. Аналитический сигнал, соответствующий пределу обнаружения, определяется путем умножения полученной величины СКО на три (3 σ -критерий).

6.5.4.4. Для каждого элемента, используется его градуировочную характеристику, определить концентрацию, соответствующую величине (3 σ -критерий).

Таблица 6

Элемент	Длина волн, нм	Радиальная схема наблюдения плазмы	Аксиальная схема наблюдения плазмы
Cd	214,440	0,02 мг/дм ³	0,002 мг/дм ³
Cu	224,700	0,07 мг/дм ³	0,007 мг/дм ³
Fe	259,939	0,06 мг/дм ³	0,006 мг/дм ³

6.5.4.5. Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.5.4., если величины, полученные в соответствии с указаниями п. 6.5.4.4. не превышают значений, указанных в таблице 6.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки вносятся в протокол по прилагаемой форме Приложение.

7.2. Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 6.5.1 - 6.5.4 фактических значений метрологических характеристик спектрометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектрометры допускают к эксплуатации.

7.3. Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

ПРИЛОЖЕНИЕ
К Методике поверки
Спектрометры эмиссионные с
индуктивно-связанной плазмой
Optima модели 8000 и 8300

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ **201**__ года

Средство измерений: Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков),
Optima моделей 8000 и 8300

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделенным знаком «косая дробь» /)

Зав. № _____ №/№ _____
Заводские номера блоков

№/№ _____

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 71.Д4-11

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: _____

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Получены результаты поверки метрологических характеристик: _____

(приводят данные: требования методики поверки / фактически получено при поверке)

Рекомендации _____
Средство измерений признавать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
_____ подписи, ФИО, должность