

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
(ФГУП «УНИИМ»)**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФГУП «УНИИМ»**

**С.В. Медведевских**

" 17 " 04 2017 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры атомно-эмиссионные СPECTROIЛ**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 23-241-2012**

**С ИЗМЕНЕНИЕМ №1**

**Екатеринбург**

**2017**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в апреле 2017 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ</b> .....	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ</b> .....	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ</b> .....	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ</b> .....	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ</b> .....	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ</b> .....	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ</b> .....	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ</b> .....	<b>6</b>
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ. ....	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ</b> .....	<b>9</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А</b> .....	<b>10</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б</b> .....	<b>11</b>

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры атомно-эмиссионные SPECTROIL. Методика поверки с изменением № 1	МП 23-241-2012
--	----------------

Дата введения в действие: апрель 2017 г.

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные SPECTROIL (далее - спектрометры) производства фирмы «SPECTRO Scientific» (США) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

### 2. (Измененная редакция, Изм. №1)

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

## 3 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		

продолжение таблицы 1

1	2	3	4
3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений выходного сигнала	8.3.1	да	да
3.2 Проверка нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

#### 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец состава свинец в бензине ГСО 9312-2009, аттестованное значение - массовая доля свинца  $2,5 \text{ млн}^{-1}$ , абсолютная погрешность  $0,2 \text{ млн}^{-1}$ ;
- стандартные образцы массовой доли фосфора в нефтепродуктах ГСО 9663-2010 (аттестованное значение – массовая доля фосфора  $100 \text{ млн}^{-1}$ , отн. погрешность 9 %), ГСО 8665-2010 (аттестованное значение – массовая доля фосфора  $300 \text{ млн}^{-1}$ , отн. погрешность 7 %), ГСО 9672-2010 (аттестованное значение – массовая доля фосфора  $1000 \text{ млн}^{-1}$ , отн. погрешность 7 %);
- стандартный образец состава ионов магния ГСО 7445-98 (аттестованное значение – массовая концентрация ионов магния  $0,95 \text{ г/дм}^3$  ( $950 \text{ млн}^{-1}$ ), отн. погрешность 1 %);
- стандартный образец состава ионов железа ГСО 7450-98 (аттестованное значение – массовая концентрация ионов железа  $1 \text{ г/дм}^3$  ( $1000 \text{ млн}^{-1}$ ), отн. погрешность 1 %);
- стандартный образец состава ионов меди ГСО 7444-98 (аттестованное значение – массовая концентрация ионов меди  $0,525 \text{ г/дм}^3$  ( $525 \text{ млн}^{-1}$ ), отн. погрешность 1 %);
- стандартный образец состава ионов цинка ГСО 8211-2002 (аттестованное значение – массовая концентрация ионов цинка  $10 \text{ г/дм}^3$  ( $10000 \text{ млн}^{-1}$ ), отн. погрешность 1 %);
- колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770;
- пипетки II класса точности по ГОСТ 29169;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

## **5 Требования безопасности**

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0.

## **6 Условия проведения поверки**

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при  $t = 20$  °С), % не более 80

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

## **8 Проведение поверки**

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	Spectroil
Номер версии ПО, не ниже	8.0.0.2
Цифровой идентификатор ПО	-

### 8.2 (Измененная редакция, Изм. №1)

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Проверку относительного СКО результатов измерений выходного сигнала провести с использованием не менее трех ГСО, указанных в 4.1, и растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А. Значения массовой доли элементов в ГСО и растворах на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А, должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

#### 8.3.1 (Измененная редакция, Изм. №1)

Установить режим работы спектрометра в соответствии с РЭ для измерений относительной интенсивности спектральной линии от конкретного элемента ГСО.

Выполнить не менее 10 измерений выходного сигнала каждого из используемых ГСО или раствора на основе разбавления ГСО (используют не менее трех ГСО и/или растворов на основе разбавления ГСО, чтобы охватить начало, середину и конец диапазона измерений).

По результатам измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое выходного сигнала ( $I_j$ ) и относительное СКО ( $S_j$ ) результатов измерений выходного сигнала по формулам:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \frac{1}{\bar{I}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $I_{ij}$  - результат  $i$ -го измерения выходного сигнала  $j$ -го элемента, усл. ед.;

$n$  - количество измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы

Проверку нестабильности выходного сигнала провести с использованием не менее трех ГСО, указанных в 4.1, и растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А. Значения массовой доли элементов в ГСО и растворах на основе разбавления ГСО,

приготовленных по приложению А, должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

### 8.3.2 (Измененная редакция, Изм. №1)

Провести не менее трех измерений выходного сигнала любого элемента в ГСО, указанных в 4.1 и растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А. Вычислить среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{I}_j$ ) по формуле (1). Измерения повторять через каждый час не выключая спектрометра.

Вычислить нестабильность выходного сигнала ( $\nu$ ) непрерывной работы по формуле

$$\nu = \left| \frac{\bar{I}_{\max} - \bar{I}_{\min}}{I_{cp}} \right| \cdot 100, \quad (3)$$

где  $\bar{I}_{\max}$  - максимальное измеренное значение выходного сигнала, усл. ед.;

$\bar{I}_{\min}$  - минимальное измеренное значение выходного сигнала, усл. ед.;

$I_{cp}$  - среднее арифметическое значение выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, усл. ед.

Полученные значения нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

### 8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести с использованием ГСО, указанных в 4.1, и растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А (провести измерения массовой доли элементов в начале, середине и в конце диапазона измерений). Диапазон измерений массовой доли элементов должен удовлетворять требованиям таблицы 3.



Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели	
	М	Q
Диапазоны измерений массовой доли элементов, млн <sup>-1</sup> :		
- Al, B, V, Fe, K, Si, Cd, Mn, Cu, Mo, Ni, Sn, Pb, Ag, Ti, Cr	1 - 1000	
- Ba	5 - 6000	
- Ca, Mg, Na, Zn	1 - 6000	
- Li	1 - 500	
- P	10 - 6000	
- Sb, Bi, As, In, Co, Zr, W, Sr, Ce	1 - 100	
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, %, в диапазонах измерений:		
- от 1 до 100 млн <sup>-1</sup> вкл.	10	
- св. 100 до 1000 млн <sup>-1</sup> вкл.	5,0	
- св. 1000 до 6000 млн <sup>-1</sup> вкл.	3,0	
Нестабильность выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %, не более	10	

8.3.4 Если спектрометр используется не во всех диапазонах измерений, допускается периодическую поверку проводить в одном или нескольких диапазонах измерений с указанием этих диапазонов измерений в свидетельстве о поверке. В этом случае проверку относительно среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала и нестабильности выходного сигнала провести в трех точках используемого диапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого диапазона измерений).

*8.3.4 (Измененная редакция, Изм. №1, п.8.3.4 введен впервые)*

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на боковую панель спектрометра в соответствии с рисунком 1 описания типа.

*9.2 (Измененная редакция, Изм. №1)*

9.3 При отрицательных результатах поверки датчик признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

*9.3 (Измененная редакция, Изм. №1)*

Разработчик:

Инженер I категории лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

### Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

А.1 Для приготовления водных растворов на основе разбавления ГСО (далее - растворы) с известными значениями массовой доли ионов используют:

- ГСО водных растворов с известными значениями массовой доли ионов;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- колбы мерные по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169.

#### *А.1 (Измененная редакция, Изм. №1)*

А.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой доли ионов.

Растворы приготовить путем последовательного разбавления ГСО.

А.2.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i V_z}{A_1},$$

где  $A_1$  - аттестованное значение массовой доли иона в исходном ГСО (приведено в паспорте), млн<sup>-1</sup>;  $A_i$  - значение массовой доли, которое необходимо приготовить, млн<sup>-1</sup>;  $V_z$  - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего анализатора, дм<sup>3</sup>.

А.2.2 Затем колбу заполнить до метки дистиллированной водой, закрыть пробкой и тщательно перемешать.

А.2.3 Относительная погрешность аттестованного значения массовой доли ионов в приготовленных растворах не превышает 2,0 % при P=0,95.

А.2.4 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр атомно-эмиссионный SPECTROIL модель \_\_\_\_\_ зав № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 23-241-2012 «ГСИ. Спектрометры атомно-эмиссионные SPECTROIL. Методика поверки» с изменением № 1.

#### Информация об использованных средствах поверки:

#### Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С \_\_\_\_\_

- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

#### Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 - Результаты проверки относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Значение массовой доли элемента в растворе, млн <sup>-1</sup>	Результаты измерений выходного сигнала, усл. ед.	Среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала, усл. ед.	Относительное СКО результатов измерений выходного сигнала, %	Нормируемые значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, %

Таблица Б.2 - Результаты проверки нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы

Значение массовой доли элемента в растворе, $\text{млн}^{-1}$	Время, ч	Среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала элемента на спектрометре, усл. ед.	Нестабильность выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %	Нормируемое значение нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			

Таблица Б.3 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов, $\text{млн}^{-1}$	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_