

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИ-  
ЛИАЛ 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

17 " октября 2022 г.



«ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связан-  
ной плазмой Plasma 3500. Методика поверки»

МП 84-251-2022

Екатеринбург  
2022 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 старший инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2022 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки средства измерений .....	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений .....	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений .....	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений .....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....	8
13	Оформление результатов поверки .....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А .....	10

Дата введения в действие: «\_\_» \_\_\_\_\_ 2022 г.

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3500 (далее – спектрометры), выпускаемые фирмой «NCS Testing Technology Co., Ltd.», Китай. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров:  
– 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» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

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 приказом Росстандарта Российской Федерации от 01.11.2019 г. № 2605 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Пределы обнаружения элементов (по критерию $3\sigma$ ), мкг/дм <sup>3</sup> , не более	
- марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм)	
аксиальное наблюдение	0,4
радиальное наблюдение	2,0
- бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм)	
аксиальное наблюдение	0,4
радиальное наблюдение	2,0
- цинка (Zn, $\lambda=213,856$ нм)	
аксиальное наблюдение	2,0
радиальное наблюдение	10,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала <sup>1)</sup> , %	1,0

<sup>1)</sup> Для аксиального и радиального наблюдения по контрольному раствору с массовой концентрацией цинка 1000 мкг/дм<sup>3</sup>

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- 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 от 01.11.2019 № 2605 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия;

- 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 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

### 3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение предела обнаружения элементов	да	да	11.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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 поверка прекращается, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки одного из режимов наблюдения плазмы спектрометра: аксиального или радиального. Данную информацию приводят в сведениях о поверке.

3.4 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается не проводить периодическую поверку для того элемента, который является основным матричным элементом анализируемых проб в лаборатории. Данную информацию приводят в сведениях о поверке.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до + 25
- относительной влажности, %, не более от 20 до 80 (без конденсации)

#### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на спектрометры и настоящую методику поверки.

#### 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005 Стандартные образцы состава раствора ионов бария, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см <sup>3</sup> , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 ±1 %; Стандартные образцы состава раствора цинка, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации цинка от 800 до 1200 мг/дм <sup>3</sup> , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не хуже ±1 %; Стандартные образцы состава раствора марганца, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации марганца от 800 до 1200 мг/дм <sup>3</sup> , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не хуже ±1 %;	ГСО 7760-2000  ГСО 11243-2018 ГСО 7770-2000  ГСО 10954-2017 ГСО 7875-2000

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



6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

6.4 Стандартные образцы, применяемые для поверки, не должны содержать серную кислоту.

## **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 устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

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 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра.

9.3 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

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

## **10 Проверка программного обеспечения средства измерений**

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра: в строке команд выбирают пункт «Справка» («Help»); в открывшемся меню выбрать пункт «о ПО» («About») – откроется окно, содержащее номер версии ПО и идентификационное наименование ПО. Наименование и номер версии ПО спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ICP Expert
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.1.0.9
Цифровой идентификатор ПО	-

## **11 Определение метрологических характеристик средства измерений**

11.1 Определение предела обнаружения элементов

11.1.1 Последовательно подавая на вход в систему ввода спектрометра контрольный раствор № 1 и контрольный раствор № 2, приготовленный в соответствии с приложением А настоящей методики поверки, построить градуировочные зависимости для бария, марганца и цинка в

пробе на длинах волн 455,403, 257,610 и 213,856 нм, соответственно, для радиального и аксиального способов наблюдения плазмы.

11.1.2 Промыть систему ввода пробы не менее 10 минут, подавая на вход в систему ввода спектрометра воду для лабораторного анализа 1-ой степени очистки.

11.1.3 Подать на вход в систему ввода спектрометра контрольный раствор №1 в качестве пробы. Провести измерения массовой концентрации бария, марганца и цинка в пробе на длинах волн 455,403, 257,610 и 213,856 нм, соответственно, не менее 10 раз (10 реплик) для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы. Результаты измерений массовой концентрации для каждого элемента занести в протокол.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.2.1 Подать на вход в систему ввода спектрометра контрольный раствор № 2, приготовленный в соответствии с приложением А настоящей методики поверки. Провести измерения интенсивности спектральной линии для цинка на длине волны 213,856 нм, не менее 10 раз (10 реплик) для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы. Результаты измерений интенсивности спектральной линии занести в протокол.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать предел обнаружения, ПО, мкг/дм<sup>3</sup>, для бария, марганца и цинка на длинах волн 455,403, 257,610 и 213,856 нм, соответственно, при аксиальном и радиальном режимах 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 воде, мкг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{C}_i$  – среднеарифметическое результатов измерений массовой концентрации  $i$ -го элемента в воде, мкг/дм<sup>3</sup>

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

Полученные значения измерений предела обнаружения для каждого элемента должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12.2 Используя значения, полученные в п. 11.2 настоящей методики поверки, рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений интенсивности спектральной линии,  $S_i$ , %, для цинка на длине волны 213,856 нм при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{I}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_i)^2}{n - 1}}, \quad (3)$$

где  $n$  – количество измерений;

$I_{ij}$  –  $j$ -й результат измерений интенсивности линии цинка в контрольном растворе № 2 для аксиального или радиального способов наблюдения плазмы, имп/с;

$\bar{I}_i$  – среднеарифметическое результатов измерений интенсивности линии цинка в контрольном растворе № 2 для аксиального или радиального способов наблюдения плазмы, имп/с



$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ij}}{n} \quad (4)$$

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений интенсивности спектральной линии для элемента цинка должны соответствовать требованиям таблицы 1.

### **13 Оформление результатов поверки**

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование спектрометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.5 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

**Старший 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 100,0 см<sup>3</sup> не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 1,0 и 5,0 см<sup>3</sup> не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

А.1 Контрольный раствор № 1 представляет собой воду для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.

А.2 Приготовление промежуточного раствора бария с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>.

При помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см<sup>3</sup> отбирают 1,0 см<sup>3</sup> стандартного образца раствора бария по п. 6 настоящей методики поверки и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см<sup>3</sup>. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

А.3 Действительное значение массовой концентрации бария в промежуточном растворе  $C_i$ , мг/дм<sup>3</sup> 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), мг/дм<sup>3</sup>;

$V_0$  – объем исходного раствора стандартного образца см<sup>3</sup>;

$V_k$  – объем приготовленного раствора (колбы), см<sup>3</sup>.

А.4 Приготовление промежуточного раствора марганца с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>.

При помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см<sup>3</sup> отбирают 1,0 см<sup>3</sup> стандартного образца раствора марганца по п. 6 настоящей методики поверки и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см<sup>3</sup>. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

А.5 Действительное значение массовой концентрации марганца в промежуточном растворе  $C_i$ , мг/дм<sup>3</sup> рассчитывают по формуле (А.1).

А.6 Контрольный раствор № 2 представляет собой многоэлементный водный раствор, содержащий: барий (массовая концентрация 0,25 мг/дм<sup>3</sup>), марганец (массовая концентрация 0,5 мг/дм<sup>3</sup>) и цинк (массовая концентрация 1 мг/дм<sup>3</sup>).

Для приготовления контрольного раствора № 2 при помощи градуированных пипеток вместимостью 1,0 и 5,0 см<sup>3</sup> последовательно отбирают 2,5 см<sup>3</sup> промежуточного раствора бария (по п. А.2), 5,0 см<sup>3</sup> промежуточного раствора марганца (по п. А.3), 0,1 см<sup>3</sup> стандартного образца раствора цинка (по п. 6 настоящей методики поверки) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см<sup>3</sup>. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

А.6 Действительное значение массовой концентрации цинка в контрольном растворе № 2, мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле (А.1), массовых долей бария и марганца – по аналогии с формулой (А.1), используя действительные значения массовой концентрации бария и марганца в соответствующих промежуточных растворах по пп. А.2-А.3.

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов не превышает 2 %.

**Примечание** – Допускается приготовление контрольных и промежуточных растворов путем последовательного разбавления соответствующих стандартных образцов раствора элементов водой по ГОСТ Р 52501-2005.