

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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. Соби́на

«27» февраля 2025 г.

**«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные с индуктивно-
связанной плазмой Melytec. Методика поверки»**

МП 106-251-2024

г. Екатеринбург
2025 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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	5
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.....	8
8 Внешний осмотр средства измерений	8
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	8
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	9
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	9
13 Оформление результатов поверки	10
ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры оптико-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Melytec. Методика поверки	МП 106-251-2024
--	-----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой Melytec (далее – спектрометры), выпускаемые Suzhou Bowei Instrument Technology Co., Ltd., Китай. Спектрометры подлежат первичной и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость спектрометров обеспечивается:

– 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» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических 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 спектрального методов» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 01.11.2019 г. № 2605 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах»

и (или)

– ГЭТ 196-2023 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 07.08.2023 г. № 1569 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов».

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 для модели		
	Melytec iQ700	Melytec iQ900	Melytec iQ900 Elite
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ) при аксиальном наблюдении, мкг/дм ³ , не более:	–		
– цинка (Zn, $\lambda=213,856$ нм)			1,6
– кадмия (Cd, $\lambda=214,438$ нм)			0,5
– марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм)			0,3
– хрома (Cr, $\lambda=267,716$ нм)			0,8
– магния (Mg, $\lambda=285,213$ нм)			0,4
– меди (Cu, $\lambda=324,754$ нм)			1,0
– стронция (Sr, $\lambda=407,771$ нм)			0,2
– бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм)			0,2

Наименование характеристики	Значение для модели		
	Melytec iQ700	Melytec iQ900	Melytec iQ900 Elite
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ) при радиальном наблюдении, мкг/дм^3 , не более:			
– цинка (Zn , $\lambda=213,856 \text{ нм}$)		7,2	
– кадмия (Cd , $\lambda=214,438 \text{ нм}$)		1,8	
– марганца (Mn , $\lambda=257,610 \text{ нм}$)		0,8	
– хрома (Cr , $\lambda=267,716 \text{ нм}$)		3,0	
– магния (Mg , $\lambda=285,213 \text{ нм}$)		2,4	
– меди (Cu , $\lambda=324,754 \text{ нм}$)		3,4	
– стронция (Sr , $\lambda=407,771 \text{ нм}$)		0,6	
– бария (Ba , $\lambda=455,403 \text{ нм}$)		0,5	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения измерений выходного сигнала ¹⁾ , %:			
– при аксиальном наблюдении		1	
– при радиальном наблюдении		1	
¹⁾ при распылении контрольного раствора с массовой концентрацией цинка, кадмия, марганца, хрома, меди и магния 1000 мкг/дм^3 ; стронция и бария 500 мкг/дм^3 .			

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;
- 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 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия;
- 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 средства измерений	да	да	10

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
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, 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 для моделей Melytec iQ900, Melytec iQ900 Elite для одного из режимов наблюдения плазмы: 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 тех элементов, которые являются основными матричными элементами анализируемых проб в лаборатории. В данном случае поверка выполняется не менее чем по трем элементам в соответствии с таблицей 1. Данную информацию приводят в сведениях о поверке.

3.5 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа элементов. В данном случае поверка выполняется не менее чем по трем элементам в соответствии с таблицей 1. 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, °C от + 15 до + 35
- относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – 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 40 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % 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	Стандартные образцы состава раствора цинка, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации цинка от 800 до 1200 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %	ГСО 12383-2023 ГСО 11243-2018 ГСО 7256-96 ГСО 7770-2000
	Стандартные образцы состава раствора бария, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов бария от 900 до 1100 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %	ГСО 7760-2000 ГСО 12008-2022
	Стандартные образцы состава раствора ионов стронция, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов стронция от 950 до 1050 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %	ГСО 7783-2000 ГСО 7145-95
	Стандартные образцы состава раствора ионов меди, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов меди от 950 до 1050 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %	ГСО 7764-2000 ГСО 7836-2000 ГСО 10942-2017
	Стандартные образцы состава раствора ионов магния, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов магния от 950 до 1050 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %	ГСО 7767-2000
	Стандартные образцы состава раствора ионов хрома, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов хрома от 950 до 1050 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %	ГСО 7781-2000

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы состава раствора ионов марганца, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов марганца от 950 до 1050 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не хуже $\pm 1\%$	ГСО 7875-2000 ГСО 10954-2017 ГСО 7266-96
	Стандартные образцы состава раствора ионов кадмия, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов кадмия от 800 до 1200 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не хуже $\pm 1\%$	ГСО 11406-2019 ГСО 11255-2018 ГСО 7874-2000 ГСО 7773-2000
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005	
	Кислота азотная концентрированная ч.д.а. по ГОСТ 4461-77	
	Мерные колбы по ГОСТ 1770-74	
	Градуированные пипетки по ГОСТ 29227-91	
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденных типов с действующим паспортом, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

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 серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

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 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

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

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных внешнего программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Номер версии внешнего ПО спектрометра проверяется сле-

дующим образом: выбирают «Help» пункт меню «About». Номер версии ПО должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные внешнего ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ICP
Номер версии (идентификационный номер) ПО	ICP_0.0.1_x ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	—
¹⁾ «х» является метрологически незначимой частью ПО и принимает значения от 0 до 9999, может содержать пунктуационные знаки, а также буквенные и цифровые символы	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение предела обнаружения элементов

11.1.1 Определение предела обнаружения элементов провести с помощью стандартных образцов по таблице 3 настоящей методики поверки.

11.1.2 Последовательно подавая на вход спектрометров воду и контрольный раствор, построить градуировочные зависимости для цинка, кадмия, марганца, хрома, магния, меди, стронция и бария на длинах волн 213,856; 214,438; 257,610; 267,716; 285,213; 324,754; 407,771 и 455,403 нм соответственно.

11.1.3 Подать на вход спектрометра воду в качестве пробы. Провести измерения массовой концентрации цинка, кадмия, марганца, хрома, магния, меди, стронция и бария на длинах волн 213,856; 214,438; 257,610; 267,716; 285,213; 324,754; 407,771 и 455,403 нм соответственно, не менее 10 раз (10 реплик) для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы. Результаты измерений массовой концентрации элементов занести в протокол произвольной формы.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.2.1 Подать на вход спектрометров контрольный раствор.

11.2.2 Провести измерения выходного сигнала для цинка, кадмия, марганца, хрома, магния, меди, стронция и бария на длинах волн 213,856; 214,438; 257,610; 267,716; 285,213; 324,754; 407,771 и 455,403 нм соответственно, не менее 10 раз (10 реплик) для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы. Результаты измерений выходного сигнала занести в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать предел обнаружения, ПО, мкг/дм³, для цинка, кадмия, марганца, хрома, магния, меди, стронция и бария при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле

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

где n – количество измерений;

C_{ij} – j -й результат измерений массовой концентрации i -го элемента в воде, мкг/дм³;

$\bar{C}_i$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации i -го элемента в воде, мкг/дм³

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

12.2 Полученные значения предела обнаружения элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 По результатам измерений, полученным по п. 11.2 рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала, S_i , %, для цинка, кадмия, марганца, хрома, магния, меди, стронция и бария при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{C}_{ci}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{cij} - \bar{C}_{ci})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

C_{cij} – j -й результат измерений массовой концентрации i -ого элемента в контрольном растворе, мкг/дм³;

$\bar{C}_{ci}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации i -ого элемента в контрольном растворе, мкг/дм³, рассчитанное по формуле

$$\bar{C}_{ci} = \frac{\sum_{j=1}^n C_{cij}}{n}. \quad (4)$$

12.4 Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала для каждого элемента 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 заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

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.

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольных растворов используются стандартные образцы растворов элементов по п. 6 настоящей методики поверки, мерные колбы вместимостью 50 и 100 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 1, 5 см³ не хуже 2 класса по ГОСТ 29227-91, вода для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, кислота азотная концентрированная ч.д.а. по ГОСТ 4461-77

А.1 Приготовление промежуточного многоэлементного водного раствора цинка, кадмия, марганца, хрома, меди, магния (массовая концентрация каждого элемента 100 мг/дм³), стронция и бария (массовая концентрация каждого элемента 50 мг/дм³)

При помощи градуированной пипетки вместимостью 5,0 см³ отбирают 5,0 см³ от каждого стандартного образца раствора элемента (ГСО 12383-2023 Zn, ГСО 11406-2019 Cd, ГСО 7875-2000 Mn, ГСО 7781-2000 Cr, ГСО 7764-2000 Cu, ГСО 7767-2000 Mg), 2,5 см³ от каждого стандартного образца раствора элемента (ГСО 7145-95 Sr, ГСО 12008-2022 Ba), 2 см³ концентрированной азотной кислоты и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации каждого элемента в промежуточном растворе C_i , мг/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 элемента в ГСО (паспорт), мг/дм³;
 V_0 – объем исходного раствора стандартного образца см³;
 V_k – объем приготовленного раствора (колбы), см³.

А.2 Контрольный раствор представляет собой многоэлементный водный раствор цинка, кадмия, марганца, хрома, меди, магния (массовая концентрация каждого элемента 1000 мкг/дм³), стронция и бария (массовая концентрация каждого элемента 500 мкг/дм³).

При помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см³ отбирают 1,0 см³ от промежуточного раствора (по п. А.1), 2 см³ концентрированной азотной кислоты и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации цинка, кадмия, марганца, хрома, магния, меди, стронция и бария в контрольном растворе, C_i , мг/дм³ рассчитывают по аналогии с формулой (А.1).

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора не превышает 2 %.

Примечание – Допускается приготовление контрольного раствора путем последовательного объемного разбавления исходных растворов стандартных образцов водой по ГОСТ Р 52501-2005, используя иной шаг разбавления.