

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

"25" февраля 2025 г.



«ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-
связанной плазмой EXPEC 6500D. Методика поверки»

МП 18-251-2024

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	9
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	9
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10
13	Оформление результатов поверки	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	12

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой EXPEC 6500D (далее – спектрометры), выпускаемые Focused Photonics (Hangzhou) Inc, КНР. 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 прослеживаемость 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» в соответствии с приказом 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»

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 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»;

– 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
Чувствительность при аксиальном наблюдении, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее ^{1) 2)} :	
- бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм)	$1,5 \cdot 10^7$
- кадмия (Cd, $\lambda=214,438$ нм)	$4 \cdot 10^5$
- меди (Cu, $\lambda=324,754$ нм)	$5 \cdot 10^5$
- марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм)	$2 \cdot 10^6$
- никеля (Ni, $\lambda=231,604$ нм)	$2 \cdot 10^5$
- цинка (Zn, $\lambda=213,856$ нм)	$3 \cdot 10^5$
Чувствительность при радиальном наблюдении, (имп/с)/(мг/дм ³), не менее ^{1) 2)} :	
- бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм)	$2 \cdot 10^6$
- кадмия (Cd, $\lambda=214,438$ нм)	$3 \cdot 10^4$
- меди (Cu, $\lambda=324,754$ нм)	$3 \cdot 10^4$
- марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм)	$1 \cdot 10^5$
- никеля (Ni, $\lambda=231,604$ нм)	$1 \cdot 10^4$
- цинка (Zn, $\lambda=213,856$ нм)	$1 \cdot 10^4$

Наименование характеристики	Значение
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ) при аксиальном наблюдении, мкг/дм ³ , не более - бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм) - кадмия (Cd, $\lambda=214,438$ нм) - меди (Cu, $\lambda=324,754$ нм) - марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм) - никеля (Ni, $\lambda=231,604$ нм) - цинка (Zn, $\lambda=213,856$ нм)	0,1 0,5 1,0 0,2 1,5 1,0
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ) при радиальном наблюдении, мкг/дм ³ , не более - бария (Ba, $\lambda=455,403$ нм) - кадмия (Cd, $\lambda=214,438$ нм) - меди (Cu, $\lambda=324,754$ нм) - марганца (Mn, $\lambda=257,610$ нм) - никеля (Ni, $\lambda=231,604$ нм) - цинка (Zn, $\lambda=213,856$ нм)	0,5 1,8 3,4 0,5 4,0 4,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала ²⁾ , %: - аксиальное наблюдение - радиальное наблюдение	1 1
¹⁾ с учетом вычета среднего значения фона слева и справа от линии; ²⁾ при распылении контрольного раствора с массовой концентрацией элементов 1000 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 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»;
- 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 относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала и чувствительности	да	да	11.1
Определение предела обнаружения элементов	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 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 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 (поверка в сокращенном объеме). 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 + 25
- относительная влажность, %, не более 80

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 40 °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 (сер.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы состава раствора ионов бария, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1$ %;	ГСО 7760-2000
	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 11243-2018 ГСО 7770-2000
	Стандартные образцы состава раствора марганца, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации марганца от 800 до 1200 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %;	ГСО 10954-2017 ГСО 7875-2000
	Стандартные образцы состава раствора меди, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации меди от 800 до 1200 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %;	ГСО 10942-2017 ГСО 7836-2000
	Стандартные образцы состава раствора кадмия, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации кадмия от 800 до 1200 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не хуже ± 1 %;	ГСО 11255-2018 ГСО 7874-2000 ГСО 7773-2000
	Стандартные образцы состава раствора никеля, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации	ГСО 11247-2018 ГСО 7873-2000

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	никеля от 800 до 1200 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при Р=0,95 не хуже $\pm 1\%$;	
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	
	Кислота азотная концентрированная ч.д.а. по ГОСТ 4461-77	
	Мерные колбы не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74	
	Градуированные пипетки не хуже 2 класса по точности ГОСТ 29227-91	
<i>Примечание – Допускается при поверке использовать другие стандартные образцы утвержденного типа с действующим паспортом, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6.2 При выборе средств поверки в части стандартных образцов (далее – СО) рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

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 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 Готовят контрольный раствор в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

9.6 В программном обеспечении спектрометра задают режимы измерения в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 – Режимы измерения

Наименование	Значение
Время промывки до анализа, с, не менее	35
Режим наблюдения	Аксиальный или радиальный
Время измерения, с	15
Мощность генератора, Вт	1150
Распылитель	Концентрического типа
Скорость потока вспомогательного газа, л/мин	0,5
Скорость потока охлаждающего газа, л/мин	12
Скорость насоса при промывке, об/мин	55
Скорость насоса во время измерений, об/мин	55
Количество точек учета интенсивности фона слева	2
Количество точек учета интенсивности линии	3
Количество точек учета интенсивности фона справа	2

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра: в строке команд выбирают пункт «Справка». Наименование и номер версии ПО спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ElementV
Номер версии (идентификационный номер) ПО	XElementVX ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	—

¹⁾ X не относятся к метрологически значимой части ПО и могут принимать численные значения от 0 до 9999, буквенные символы от a до z, математические и пунктуационные знаки

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала и чувствительности

11.1.1 Подать на вход спектрометра контрольный раствор, приготовленный в соответствии с приложением А настоящей методики поверки. Провести измерения интенсивности спектральной линии для бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка на длинах волн 455,403; 214,438; 324,754; 257,610; 231,604 и 213,856 нм, соответственно, не менее 10 раз для аксиального и радиального способов наблюдения плазмы. Результаты измерений занести в протокол.

11.1.2 Определение чувствительности проводят одновременно с действиями по п. 11.1.1.

11.2 Определение предела обнаружения элементов

11.2.1 Подавая на вход спектрометра контрольный раствор и воду, построить градуировочные зависимости для бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка на длинах волн 455,403; 214,438; 324,754; 257,610; 231,604 и 213,856 нм, соответственно.

11.2.2 Подать на вход спектрометра воду в качестве пробы. Провести измерения массовой концентрации бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка на длинах волн 455,403; 214,438; 324,754; 257,610; 231,604 и 213,856 нм, соответственно, не менее 10 раз для аксиального способа наблюдения плазмы. Результаты измерений массовой концентрации каждого элемента занести в протокол.

11.2.3 Повторить действия по п. 11.2.2 для радиального способа наблюдения плазмы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать значение чувствительности, N_i , (имп/с)/(мг/дм³), для бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка на длинах волн 455,403; 214,438; 324,754; 257,610; 231,604 и 213,856 нм, соответственно, при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле

$$N_i = \frac{\bar{I}_i}{C_{ist}}, \quad (1)$$

где C_{ist} – массовая концентрация i -ого элемента в контрольном растворе, мг/дм³;
 $\bar{I}_i$ – среднее арифметическое результатов измерений интенсивности линии i -ого элемента в контрольном растворе для соответствующего способа наблюдения плазмы, имп/с, рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (2)$$

где I_{ij} – j -й результат измерений интенсивности линии i -ого элемента в контрольном растворе для соответствующего наблюдения плазмы, имп/с;
 n – количество измерений.

Полученные значения чувствительности должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12.2 Используя значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений интенсивности линии, S_i , %, для бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка на длинах волн 455,403; 214,438; 324,754; 257,610; 231,604 и 213,856 нм, соответственно, при аксиальном и радиальном способах наблюдения плазмы по формуле

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

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала для каждого элемента должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12.3 Используя значения, полученные в п. 11.2 настоящей методики поверки, рассчитать предел обнаружения, ПО, мкг/дм³, для бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка на длинах волн 455,403; 214,438; 324,754; 257,610; 231,604 и 213,856 нм, соответственно, при аксиальном и радиальном режимах наблюдения плазмы по формуле (критерий 3σ)

$$\text{ПО} = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n - 1}}, \quad (4)$$

где C_{ij} – j -й результат измерений массовой концентрации i -ого элемента в воде, мкг/дм³;
 $\bar{C}_i$ – среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации i -ого элемента в воде, мкг/дм³

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{j=1}^n C_{ij}}{n}. \quad (5)$$

Полученные значения предела обнаружения 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 контрольного раствора используются стандартные образцы растворов элементов по п. 6 настоящей методики поверки, мерные колбы вместимостью 100 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 1 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, кислота азотная концентрированная ч.д.а. по ГОСТ 4461-77.

А.1 Контрольный раствор представляет собой шестиэлементный водный раствор бария, кадмия, меди, марганца, никеля и цинка с массовой концентрацией каждого элемента 1000 мкг/дм³. Для приготовления контрольного раствора при помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см³ отбирают по 0,1 см³ от каждого стандартного образца раствора элемента (ГСО 11243-2018, ГСО 11255-2018, ГСО 10942-2017, ГСО 10954-2017, ГСО 7760-2000, 11247-2018) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Добавляют 1 см³ азотной кислоты и доводят уровень раствора до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

А.2 Действительное значение массовой концентрации элемента в растворе C_i , мкг/дм³, для контрольного раствора рассчитывают по формуле

$$C_i = 1000 \cdot C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (\text{А.1})$$

где C_0 – аттестованное значение массовой концентрации стандартного образца раствора элемента (паспорт СО), мг/дм³;

V_0 – объем исходного раствора стандартного образца см³;

V_k – объем приготовленного раствора (колбы), см³;

1000 – коэффициент пересчета мг/дм³ в мкг/дм³.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора не превышает 2 %.

Примечание – Допускается приготовление контрольного раствора путем последовательного разбавления соответствующих стандартных образцов раствора элементов водой по ГОСТ Р 52501-2005.