

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Е.А. Гаврилова

«30» августа 2025 г.

**«ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой GBC Quantima.
Методика поверки»**

МП 024.Д4-25

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«30» августа 2025 г.

Москва
2025 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой GBC Quantima (далее – спектрометры), предназначенные для измерений содержания различных элементов в растворах, продуктах питания, почвах, металлах и их сплавах, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к:

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021.

Поверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, %	5
Предел обнаружения по критерию 3σ , мкг/дм ³ , не более:	
- медь ($\lambda=324,754$ нм) ¹⁾	1,5
- марганец ($\lambda=257,610$ нм)	0,5
- кадмий ($\lambda=214,438$ нм)	25
¹⁾ λ – длина волны для проведения измерений массовой концентрации элемента	

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, предела обнаружения по критерию 3σ меди, марганца, кадмия	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха от плюс 15 до плюс 25 °С;
- относительная влажность не более 70 %;
- атмосферное давление от 94 до 106 кПа.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на спектрометры.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от плюс 15 до плюс 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,2$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 до 97 % с абсолютной погрешностью ± 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью $\pm 0,13$ кПа Раствор меди 10 ppm (10 000 мкг/дм ³) в деионизированной воде и 1 % азотной кислоте.	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11 ГСО 7836-2000 ¹⁾ Стандартный образец состава водного раствора ионов меди
п.10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы, не ниже уровня рабочего эталона 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021, в диапазоне аттестованных значений массовой концентрации элементов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 %	ГСО 7836-2000 ¹⁾ Стандартный образец состава водного раствора ионов меди ГСО 7875-2000 ¹⁾ Стандартный образец состава водного раствора ионов марганца

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
		ГСО 7874-2000 ¹⁾ Стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия
	Вспомогательное оборудование: Дозаторы механические одноканальные. Диапазоны объемов дозирования 2 до 20 мкл, от 10 до 100 мкл и от 100 до 1000 мкл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более $\pm 3,0\%$ Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой объемом 25 и 50 см³ по ГОСТ 1770-74	Дозатор механический одноканальный ВЮНІТ, рег. № 36152-12 Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74
¹⁾ - далее по тексту –стандартные образцы		

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей климатическим условиям для легких физических работ.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в РЭ на спектрометры.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида спектрометра проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный спектрометр, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр спектрометра на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера спектрометра.

7.3 Проверить комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям, указанным в описании типа на данный спектрометр.

7.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид спектрометра соответствует изображениям, указанным в описании типа на данный спектрометр;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность», указанному в описании типа на данный спектрометр;
- маркировка спектрометра содержит сведения о типе и серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.2 Опробование спектрометра включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим

8.2.1 Проверка выхода на рабочий режим проводится путём включения спектрометра в соответствии с указаниями, приведёнными в РЭ.

8.2.2 Запустить программное обеспечение спектрометра (далее – ПО). Проверить параметры плазмы, для чего в меню ПО спектрометра выбрать «Run/Instrument», в открывшемся окне «Instrument» будут отображены параметры плазмы. При необходимости изменить значения на указанные на рисунке 1 и нажать «ОК».

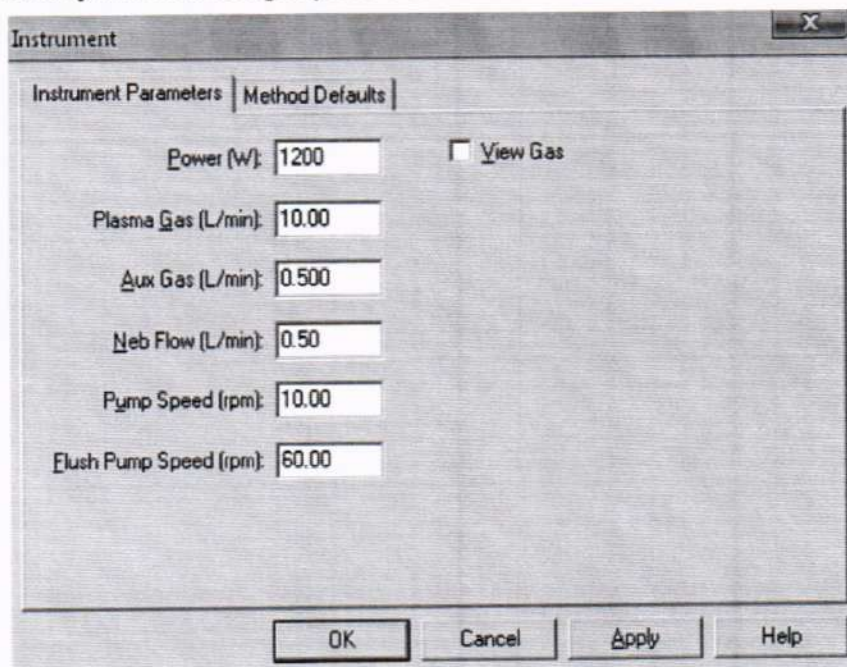


Рисунок 1 – Параметры плазмы

8.2.3 Выполнить поджиг плазмы, для чего нажать кнопку «Plasma Start/Stop», расположенную в левом нижнем углу передней панели спектрометра, или нажать пиктограмму



на экране компьютера. Автоматически включится перистальтический насос. Когда введенная проба достигнет распылителя, в распылительной камере появится мелкодисперсный туман. Подождать от 5 до 10 минут перед проведением дальнейших измерений.

8.2.4 Осуществить коррекцию определения длины волны монохроматором с использованием раствора меди 10 ppm ($10\,000\text{ мкг/дм}^3$) в деионизированной воде и 1 % азотной кислоте на длине волны 324,754 нм в соответствии с разделом «Получение скана спектра» РЭ. При получении измеренных значений длины волны меди, отличающихся от заданной длины волны более чем на 0,01 нм, необходимо провести коррекцию в соответствии с разделом «Получение скана спектра» РЭ.

8.3 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- спектрометр вышел на рабочий режим в полном соответствии с РЭ, отсутствуют сообщения об ошибках при запуске спектрометра;
- измеренные значения длины волны меди, отличаются от заданной длины волны не более чем на 0,01 нм.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр.

9.2 Для просмотра идентификационных данных ПО спектрометров необходимо в рабочем окне зайти во вкладку «Помощь» - «О спектрометре» («Help» - «About»). На экране в открывшемся окне отобразится наименование и номер версии ПО (рисунок 2).

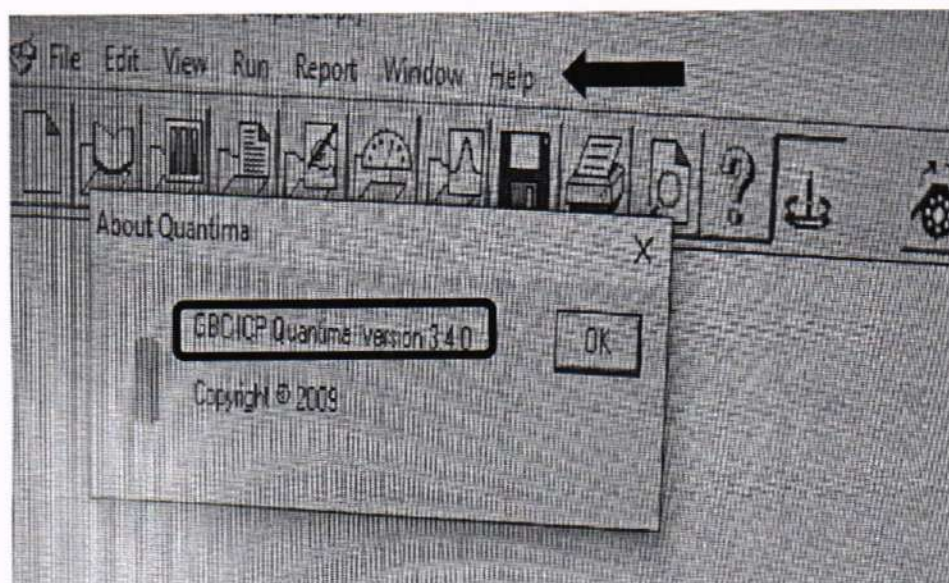


Рисунок 2 – Проверка версии ПО

9.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	GBC ICP Quantima
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.4.0
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, предела обнаружения по критерию 3σ меди, марганца, кадмия

10.1.1 Для определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала необходимо использовать в качестве пробы контрольный раствор №2 из таблицы А.1 приложения А. Для определения предела обнаружения по критерию 3σ меди, марганца, кадмия в качестве пробы необходимо использовать воду 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005.

10.1.2 Провести десятикратное измерение массовой концентрации кадмия на длине волны 214,438 нм, меди на длине волны 324,754 нм, марганца на длине волны 257,610 нм, используя в качестве проб контрольный раствор №2 из таблицы А.1 приложения А и воду 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005.

10.1.3 Для проведения анализа необходимо сначала настроить файл метода с указанием элементов, включаемых в анализ, и параметров прибора.

10.1.3.1 В главном меню выбрать «File» - «New» или нажать на пиктограмму «New». Откроется диалоговое окно с выбором новых создаваемых файлов. Выбрать «Method» и нажать «ОК» (рисунок 3).

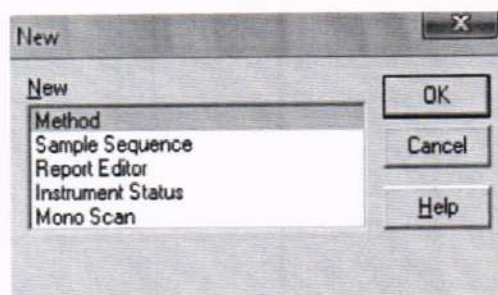


Рисунок 3 – Визуализация п. 10.1.3.1

10.1.3.2 На двух экранах откроется новый метод. Первый экран, который устроен аналогично записной книжке, состоит из ряда «страниц», разделенных вкладками с правой стороны, на этом экране настраивается метод. Второй экран представляет собой графический дисплей, на котором может отображаться ряд графиков. Чтобы просмотреть оба этих экрана вместе, выберите параметр Tile в меню Window (рисунок 4).

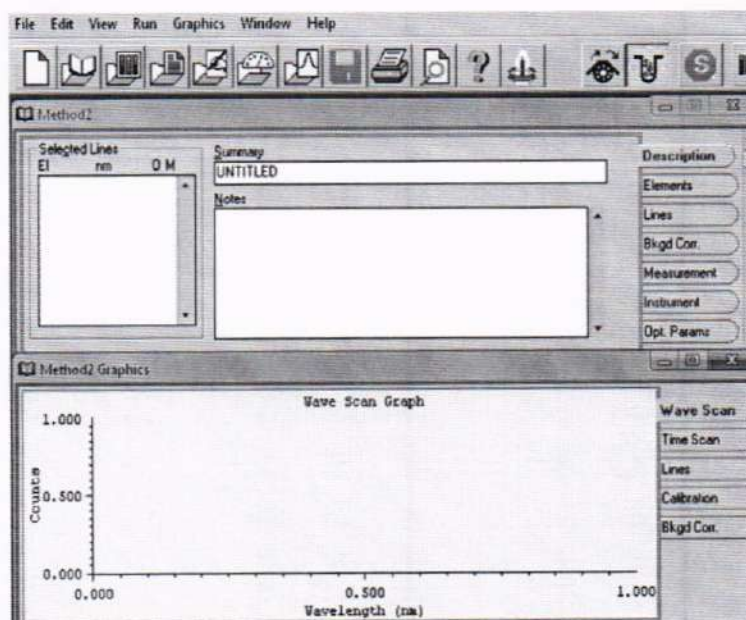


Рисунок 4 – Визуализация п. 10.1.3.2

10.1.3.3 Перейти на вкладку «Elements» (непосредственно под вкладкой Description). На экране появится периодическая таблица элементов. Выбрать следующие элементы: Cd, Mn, Cu, нажав на них в периодической таблице. При выборе элементов они вставляются в таблицу «Selected Lines» вместе с длиной волны наибольшей интенсивности для этого элемента.

10.1.3.4 Перейти на вкладку «Lines». Появится таблица выбранных линий «Selected Lines» вместе со списком доступных линий для каждого элемента – таблица «Available Lines». Чтобы просмотреть линии элемента, выберите соответствующий элемент в таблице «Selected Lines». Будет выведен соответствующий диапазон доступных линий вместе с ближайшими линиями помех. Для проведения измерений выбрать длины волн измеряемых элементов в соответствии с п. 10.1.2.

10.1.3.5 Перейти на вкладку «Measurement». В таблице «Selected Lines», поочередно выбирая каждый элемент, установить в графе «Number of Replicates» - «10» (рисунок 5).

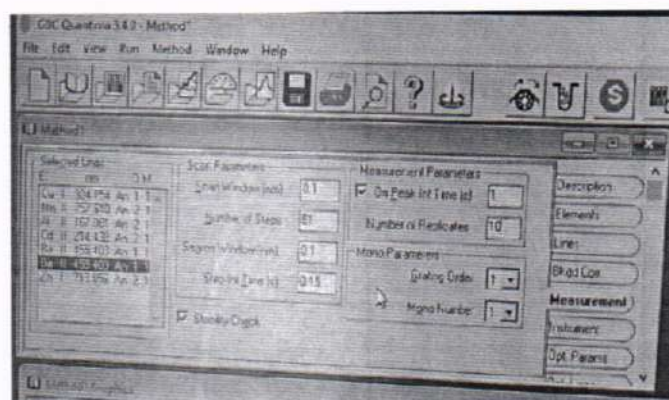


Рисунок 5 – Визуализация п. 10.1.3.5

10.1.3.6 Перейти на вкладку «Standards». Данная вкладка позволяет ввести концентрацию стандартов для построения градуировочной зависимости. На вкладке имеется список элементов вместе со столбцами. В столбец под названием «Standard 1» ввести следующие значения для каждого элемента: «Cd: 0,1», «Cu: 0,1», «Mn: 0,1», соответствующие массовой концентрации указанных элементов в растворе № 1 из таблицы A.1 приложения A.

Нажать кнопку «Add» и ввести следующие значения для «Standard» 2: «Cd: 5», «Cu: 5», «Mn: 5», соответствующие массовой концентрации указанных элементов в растворе № 3 из таблицы A.1 приложения A.

В качестве «нулевого» раствора «Blank» использовать воду 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005. В столбце «Blank» указать «0» для каждого элемента.

10.1.3.7 Перейти на вкладку «Calibration». В графе «Curve Fit Order», поочередно выбирая каждый элемент, выбрать «1», что соответствует линейному типу градуировочной зависимости массовой концентрации элемента от интенсивности сигнала.

10.1.3.8 Выбрать пиктограмму «Save» , чтобы сохранить метод под именем по умолчанию. Или для его сохранения под другим именем, выбрать «File» - «Save As» в главном меню.

10.1.4 Для задания порядка проведения измерений необходимо создать файл последовательности.

10.1.4.1 В главном меню выбрать «File» - «New» или нажать на пиктограмму «New». Откроется диалоговое окно с выбором новых создаваемых файлов. Выбрать «Sample Sequence» и нажать «OK».

10.1.4.2 Появится экран с таблицей, содержащей название метода «Method Name», тип пробы «Sample Type», метку «Label», где можно ввести наименование образцов.

10.1.4.3 Вставить созданную по п. 10.1.3.6 градуировку. Для этого в верхней строке меню ПО выбрать «Sequence», в раскрывшемся списке выбрать «Insert Calibration». Будет выведен запрос на выбор файла метода. Выбрать созданный файл метода по п. 10.1.3. Нажать «Open» для выбора файла.

10.1.4.4 Указать количество анализируемых проб. Для этого в верхней строке меню ПО выбрать «Sequence», в раскрывшемся списке выбрать «Add Samples». По умолчанию будет отображаться «Sample 1». В открывшемся окне «Add Samples» в графе «Number Of Samples To Add» указать «2», нажать «OK» (рисунок 6). В качестве «Sample 1» использовать раствор № 2 из таблицы A.1 приложения A, «Sample 2» - воду 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005.

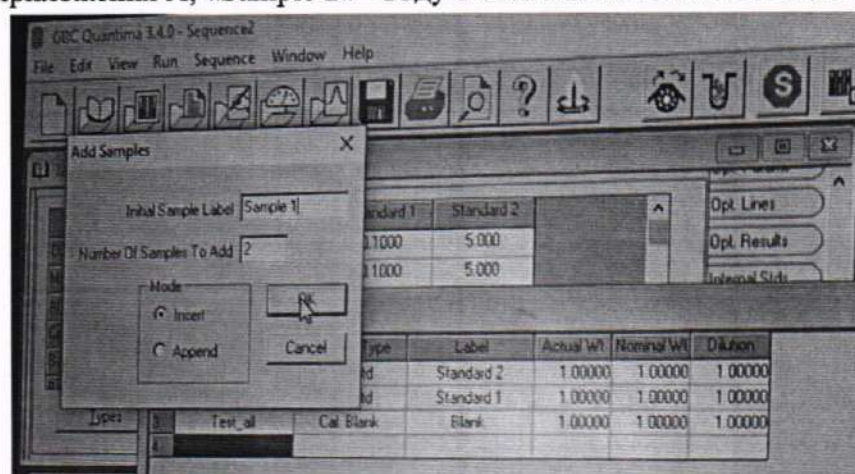


Рисунок 6 – Визуализация п. 10.1.4.4

10.1.4.5 Выбрать метод для проб. Чтобы вставить имя метода для проб, выделить ячейки «Method Name» для заданных проб. Затем в главном меню выбрать «Edit» - «Fill». Затем появится экран, где можно выбрать созданный метод. После нажатия «Open», выбранный метод будет указан в столбце «Method Name».

10.1.4.6 Файл последовательности готов к сохранению и использованию, если в конфигурации оборудования не используется автоматический пробоотборник.

10.1.5 Запустить анализ. Для этого в верхней строке меню ПО выбрать «Run», в раскрывшемся списке выбрать «Auto Run Setup». В открывшемся окне нажать кнопку «Browse» рядом с полем «Sequence File», чтобы выбрать файл последовательности (например, Sequence1.ssq). Выделить имя файла последовательности в его папке и нажать «Open». Для создания файла результатов нажать кнопку «Browse» рядом с полем «Result File». Выбрать или создать папку, в которой будут храниться файлы результатов. Затем ввести требуемое имя файла и нажать «Open» (рисунок 7).

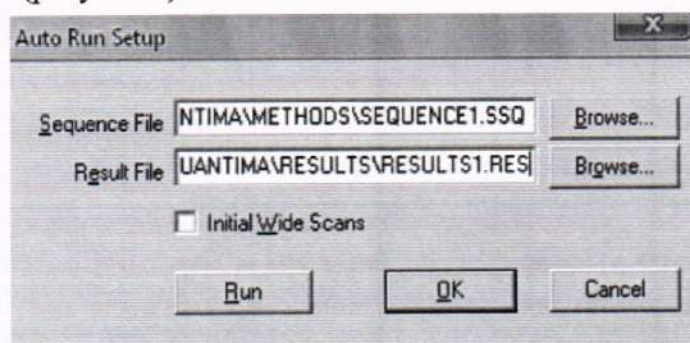


Рисунок 7 – Визуализация п. 10.1.5

10.1.6 Для запуска измерений нажать кнопку «Run». Откроется диалоговое окно «Aspirate Solution» и появится запрос на всасывание первого стандарта: «Aspirate «Standard 1», нажать «OK» для подтверждения.

10.1.7 После запуска измерений появится экран результатов. Спектрометр выполнит промывку, стабилизацию и затем начнет сканирование. Экран результатов состоит из двух разделов: в первом выводятся данные результатов, второй представляет собой графический экран, на котором представлены графики сканирования по длине волны, времени и калибровки. Чтобы просмотреть результаты сканирования определенной пробы и элемента, выбрать его на экране данных результатов «Results». Записать в протокол поверки результаты измерений интенсивности выходного сигнала графы «Peak» (рисунок 8) для раствора № 2 из таблицы А.1 приложения А.

GPC Quant 3.4.3 - TEST ALL RES

File Edit View Run Results Window Help

Sample	Label	Type	Time	Method	Actual Wt	Nominal Wt	Dilution
2	Standard 1	Cal. Std	21 May 25 12:55	Test all	1.000	1.000	1.000
3	Blank	Cal. Blank	21 May 25 12:59	Test all	1.000	1.000	1.000
4	Sample	Sample	21 May 25 11:03	Test all	1.000	1.000	1.000
5	Sample 2	Sample 2	21 May 25 13:26	Test all	1.000	1.000	1.000

Element	Unit	Range	Conc	Unit	Net	%RSD	Rept	%RSD	SRF	Def. Lim.
Ba	mg/L	1.065	mg/L	627330	1.11				66.02	
Mn	mg/L	1.041	mg/L	726301	0.563				145.3	
Ca	mg/L	10.47	mg/L	4446790	0.975				160.6	
Cl	mg/L	1.024	mg/L	53312.2	1.03				43.87	
Al	mg/L	1.576	mg/L	54.5000	94.2				0.5056	
Cu	mg/L	1.115	mg/L	7718.67	3.39				0.01043	

Replicate	Net	%RSD
1	729620	759328
2	731172	731173
3	728330	728330
4	728345	728345
5	724584	724584
6	725589	725589
7	723309	723309
8	725580	725580
9	725314	725314
10	715937	715937

Рисунок 8 – Визуализация п. 10.1.7

10.1.8 Для просмотра результатов повторных измерений массовой концентрации элементов необходимо в меню «File» выбрать «New», из предложенного списка выбрать «Report Editor». Появится экран, содержащий информацию, относящуюся к формату отчета, проверить что отчет предполагает вывод повторных результатов измерений. Для выбора сохраненного файла измерений, выбрать в главном меню «Report» - «Results Files» или нажать пиктограмму «Select Results Files for Report». Нажать кнопку «Add». Появится экран «Open», где можно выбрать файл результатов для включения в отчет. Выбрать файл с результатами измерений, нажать «Open», затем «OK» для возврата на экран отчетов «Report» (рисунок 9).



Рисунок 9 – Визуализация п. 10.1.8

10.1.9 Для просмотра файла с результатами измерений выбрать в главном меню ПО «File» - «Print Preview». Из открывшегося файла записать в протокол поверки результаты измерений массовой концентрации элементов для обеих измеренных проб (рисунок 10).

Mn	Conc = 1.011 mg/L Net Int %RSD = 0.58	Conc %RSD = 0.59 Peak Int = 725881	Conc S.D. = 0.0059 Peak Int %RSD = 0.58	Net Int = 725881
1	Conc = 1.017 mg/L			
2	Conc = 1.019 mg/L			
3	Conc = 1.015 mg/L			
4	Conc = 1.014 mg/L			
5	Conc = 1.010 mg/L			
6	Conc = 1.011 mg/L			
7	Conc = 1.008 mg/L			
8	Conc = 1.011 mg/L			
9	Conc = 1.011 mg/L			
10	Conc = 0.9973 mg/L			

Рисунок 10 – Визуализация п. 10.1.9

10.1.10 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных массовых концентраций, $\bar{C}$, мг/дм³, для каждого элемента по формуле

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

где C_i – измеренная концентрации контрольного раствора, мг/дм³;

n – число измерений, равное 10.

11.2 По результатам измерений интенсивности выходного сигнала (п. 10.1.7), полученным для раствора № 2 из таблицы А.1 приложения А, рассчитать относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала, δ , %, по формуле

$$\delta = \frac{100}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{(n-1)}}, \quad (2)$$

где $I, \bar{I}$ – интенсивность выходного сигнала по каждому из элементов и среднее значение интенсивности выходного сигнала соответственно;

n – количество измерений, равное 10.

11.3 Рассчитать пределы обнаружения каждого элемента, $C_{пр.}$, мг/дм³, по результатам измерений, полученным для воды 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 по формуле

$$C_{пр} = \bar{C} + k \cdot S, \quad (3)$$

где k – константа, при доверительной вероятности ($P = 0,99$) $k = 3$;

S – стандартное среднеквадратическое отклонение измеренных значений массовой концентрации каждого элемента для воды 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, мг/дм³, рассчитанное по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}} \quad (4)$$

11.4 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки с положительным результатом, если полученные значения при обработке результатов измерений соответствуют требованиям, указанным в таблице 1 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

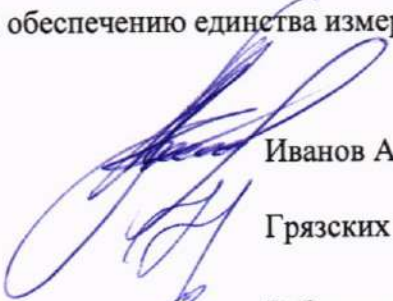
12.4 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4



Иванов А.В.

Грязских Н.Ю.



Зябликова И.Н.



Полунина Е.П.

Приложение А

(Обязательное)

к МП 024.Д4-25 «ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой
GBC Quantima. Методика поверки»

Методика приготовления растворов ионов меди, кадмия, марганца на основе
разбавления ГСО 7836-2000, ГСО 7875-2000, ГСО 7874-2000

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ионов меди, кадмия, марганца на основе разбавления ГСО 7836-2000, ГСО 7875-2000, ГСО 7874-2000.

А.2 Нормы и погрешности

А.2.1 Характеристики погрешности растворов ионов элементов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов ионов элементов.

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов ионов элементов с погрешностью значений ионов элементов не превышающих при доверительной вероятности $P = 0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm \Delta_A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

А.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.

А.3.2 Дозаторы механические одноканальные. Диапазоны объемов дозирования 2 до 20 мкл, от 10 до 100 мкл и от 100 до 1000 мкл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более $\pm 3,0\%$.

А.3.3 ГСО 7836-2000 Стандартный образец состава водного раствора ионов меди. Диапазон аттестованных значений массовой концентрации меди от 0,95 до 1,06 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

А.3.4 ГСО 7875-2000 Стандартный образец состава водного раствора ионов марганца. Диапазон аттестованных значений массовой концентрации марганца от 0,95 до 1,06 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

А.3.5 ГСО 7874-2000 Стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия. Диапазон аттестованных значений массовой концентрации кадмия от 0,95 до 1,06 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

А.3.6 Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты ГОСТ Р 52501-2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

А.4 Требования безопасности

Применение стандартных образцов не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

А.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов ионов элементов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

А.6 Условия приготовления растворов ионов элементов

А.6.1 Приготовление растворов ионов элементов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С от плюс 15 до плюс 35;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104.

А.6.2 Растворы ионов элементов готовятся и используются непосредственно в день проведения измерений.

А.7 Приготовление растворов ионов элементов

А.7.1 Приготовить растворы ионов элементов с концентрацией 0,1 мг/дм³.

Вскрыть ампулу соответствующего стандартного образца элемента. Отобрать из ампулы дозатором 0,005 см³ (5 мкл) раствора стандартного образца элемента. Перенести в мерную колбу объемом 50 см³ и довести до метки водой для лабораторного анализа 1 степени чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

А.7.2 Приготовить растворы ионов элементов с концентрацией 1,0 мг/дм³.

Вскрыть ампулу соответствующего стандартного образца элемента. Отобрать из ампулы дозатором 0,05 см³ (50 мкл) раствора стандартного образца элемента. Перенести в мерную колбу объемом 50 см³ и довести до метки водой для лабораторного анализа 1 степени чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

А.7.3 Приготовить растворы ионов элементов с концентрацией 5,0 мг/дм³.

Вскрыть ампулу соответствующего стандартного образца элемента. Отобрать из ампулы дозатором 0,25 см³ (250 мкл) раствора стандартного образца элемента. Перенести в мерную колбу объемом 50 см³ и довести до метки водой для лабораторного анализа 1 степени чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

А.8 Оценка метрологических характеристик растворов ионов элементов

А.8.1 Значения абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов (Δ_A) в растворах рассчитывают по формуле (А.1):

$$\Delta_A = (\delta \cdot X) / 100 \quad (\text{А.1})$$

где X - массовая концентрация приготовленных растворов, мг/л;

δ - относительная погрешность приготовления контрольных растворов, %, рассчитываемая по формуле (А.2):

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2} \quad (\text{А.2})$$

где δ_1 - относительная погрешность измерений объема мерной колбы, %, рассчитываемая по формуле (А.3);

δ_2 - относительная погрешность измерений объема дозатора, %, в соответствии с описанием типа или протоколом поверки.

δ_3 - относительная погрешность концентрации элемента стандартных образцов состава водных растворов ионов элементов, %, в соответствии с паспортом.

А.8.2 Относительная погрешность измерений объема мерной колбы рассчитывается по формуле (А.3):

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{А.3})$$

где ΔV_k - абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74), см³;

V_k - объем мерной колбы, см³;

А.9 Оформление результатов

А.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов элементов приведены в таблице А.1

Таблица А.1 - Метрологические характеристики приготовленных растворов ионов элементов

№ раствора	Массовая концентрация раствора элемента, мг/дм ³	Значения абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов (Δ_A) в растворах, мг/дм ³
1	0,1	0,002
2	1,0	0,018
3	5,0	0,072

Таблица Б.2 – Метрологические характеристики

Метрологическая характеристика	Требования описания типа	Результат (соответствие)
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, %	5	
Предел обнаружения по критерию 3σ , мкг/дм ³ , не более: - медь ($\lambda=324,754$ нм) ¹⁾ ; - марганец ($\lambda=257,610$ нм); - кадмий ($\lambda=214,438$ нм)	1,5 0,5 25	
¹⁾ λ – длина волны для проведения измерений массовой концентрации элемента		

5. Заключение по результатам поверки:

по результатам поверки средство измерений Спектрометр эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой GBC Quantima сер.№ _____ соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению.

Начальник отдела:

Дата поверки:

Подпись_____
Фамилия И.О.

Поверитель:

Подпись_____
Фамилия И.О.