

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских



2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры атомно-абсорбционные повАА 400 Р

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 18-241-2017

Екатеринбург

2017

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	12
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (РЕКОМЕНДУЕМОЕ)	13

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры атомно-абсорбционные повАА 400 Р Методика поверки	МП 18-241-2017
---	-----------------------

Дата введения в действие: феврале 2017 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные повАА 400 Р производства фирмы Analytik Jena AG, Германия (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка характеристических концентраций	8.3.3	да	да
3.2 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов	8.3.4	да	да
3.3 Проверка пределов обнаружения	8.3.5	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 8053-94 (массовая концентрация ионов цинка от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 6690-93 (массовая концентрация ионов кадмия от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 8001-93 (массовая концентрация ионов никеля от 0,95 до 1,05 % г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 7450-98 (массовая концентрация ионов железа от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 8056-94 (массовая концентрация ионов марганца от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 7012-93 (массовая концентрация ионов свинца от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 7767-2000 (массовая концентрация ионов магния от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 7998-93 (массовая концентрация ионов меди от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 8035-94 (массовая концентрация ионов хрома от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 7143-95 (массовая концентрация ионов мышьяка от 0,095 до 0,105 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %);
- ГСО 8004-93 (массовая концентрация ионов ртути от 0,95 до 1,05 г/дм³, отн. погрешность ± 1 %).

- колбы мерные стеклянные I класса точности по ГОСТ 1770;

- пипетки I класса точности по ГОСТ 29169;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- термометр лабораторный ТЛ 4-А2, с диапазоном измерений от 0 до 50°C, цена деления 0,1°C

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

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|--------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | от 15 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °C), % | от 30 до 90 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106 |

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от прямого воздействия ярких источников света.

7 Подготовка к поверке

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

7.2 Приготовить стандартные образцы (далее – ГСО), предусмотренные в качестве эталонных средств поверки, в соответствии с инструкцией по их применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометров;

- чистоту спектрометров, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

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

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. В зависимости от ПО на конкретном спектрометре (WinAAS или Aspect LS) провести проверку номера версии ПО.

Номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенного в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	WinAAS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 4.5.0
Идентификационное наименование ПО	Aspect LS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 1.3.1.0

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Характеристические концентрации, пределы обнаружения и относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов определить на длинах волн, указанных в Таблице 3.

Для спектрометра с пламенным атомизатором метрологические характеристики определить для двух элементов по Таблице 4. Для спектрометров с электротермическим атомизатором и/или гидридной системой метрологические характеристики определить для одного элемента по Таблице 5.

Таблица 3 – Длины волн, на которых проводится определение характеристической концентрации и предела обнаружения

№ п/п	Элемент	Длина волны, нм
1	Zn	213,9
2	Cd	228,8
3	Ni	232,0
4	Fe	248,3
5	Mn	279,5
6	Pb	283,3
7	Mg	285,2
8	Cu	324,8
9	Cr	357,9

8.3.2 В соответствии с инструкцией по применению стандартных образцов утвержденных типов приготовить поверочный раствор с концентрациями элементов, указанными в таблицах 4-6.

Таблица 4 – Концентрация элементов

Элемент	Концентрация элементов в поверочном растворе (для пламенного атомизатора), мг/дм ³
Zn	От 0,5 до 2,5
Cd	От 0,5 до 2,5
Ni	От 1,0 до 5,0
Fe	От 1,0 до 5,0
Mn	От 0,5 до 2,5
Pb	От 1,0 до 5,0
Mg	От 0,1 до 2,5
Cu	От 0,5 до 2,5
Cr	От 0,5 до 2,5

Таблица 5 – Концентрация элементов

Элемент	Концентрация элементов в поверочном растворе (для электротермического атомизатора), мкг/дм ³
Cd	От 0,2 до 2,5
Ni	От 5,0 до 20,0
Mn	От 1,0 до 5,0
Pb	От 5,0 до 20,0
Cu	От 2,5 до 10,0
Cr	От 5,0 до 20,0

Объем дозирования: 20 мкл.

Таблица 6 - Концентрация элементов

Элемент	Концентрации элемента в поверочном растворе (для гидридной приставки), мкг/дм ³
As	От 1,0 до 5,0
Hg	От 1,0 до 5,0

8.3.3 Проверка характеристических концентраций

Характеристические концентрации ($C_{хар}$) рассчитать из результатов измерений оптической плотности атомного пара холостой пробы (дистиллированной воды) и оптической плотности атомного пара поверочного раствора, приготовленного в соответствии с п. 8.3.2 настоящей методики, по формуле

$$C_{хар} = \frac{0,0044 \cdot C_A}{D - D_{хол}} \quad (1)$$

где C_A – массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мг/дм³;

D - среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации C (при $n=5$), Б;

$D_{хол}$ - среднее арифметическое значение оптической плотности атомного пара холостой пробы ($n=5$), Б.

8.3.4. Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов

Относительное СКО случайной составляющей погрешности рассчитать по формуле (2) по результатам измерений для раствора, для которого производился расчет характеристической концентрации

$$S_j = \frac{100}{C} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где \bar{C} – среднее арифметическое результатов n измерений, мг/дм³ (мкг/дм³);

C_i – i -ое значение результата измерений, мг/дм³ (мкг/дм³);

n - число измерений.

Спектрометр считается прошедшим поверку, если значения характеристических концентраций и относительного СКО случайной составляющей погрешности не превышают значений, указанных в таблицах 7-9.

Таблица 7 – Характеристические концентрации и относительное СКО для пламенного атомизатора

№ п/п	Элемент	Предельные допускаемые значения	
		$C_{хар}$, не более, мкг/дм ³	Относительное СКО, S, не более, %
1	Zn	20	3,0
2	Cd	20	
3	Ni	100	
4	Fe	120	
5	Mn	50	
6	Pb	500	
7	Mg	10	
8	Cu	70	
9	Cr	80	

Таблица 8 – Характеристические концентрации и относительное СКО для электротермического атомизатора

№ п/п	Элемент	Предельные допускаемые значения	
		$C_{хар}$, не более, мкг/дм ³	Относительное СКО, S, не более, %
1	Cd	0,08	5,0
2	Ni	1,0	
3	Mn	0,30	
4	Pb	2,0	
5	Cu	0,60	
6	Cr	0,70	

Таблица 9 – Характеристические концентрации и относительное СКО для гидридной приставки

№ п/п	Элемент	Предельные допускаемые значения	
		$C_{хар}$, не более, мкг/дм ³	Относительное СКО, S, не более, %
1	As	0,2	10
2	Hg	0,5	

8.3.5 Проверка пределов обнаружения

На длине волны каждого элемента, используемого для поверки, в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра провести 10-и кратное ($n=10$) измерение оптической плотности атомного пара дистиллированной воды D_w .

Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений \bar{D}_w :

$$\bar{D}_w = \frac{\sum_{i=1}^n D_{iw}}{n}, \quad (3)$$

стандартное отклонение σ_w %,

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{iw} - \bar{D}_w)^2}{(n-1)}} \quad (4)$$

и предела обнаружения элемента:

$$C_{np} = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot C_{хар} \cdot 2,28}{0,0044} \quad (5)$$

где 2,28 – коэффициент Стьюдента для $P=0,95$, $n=10$.

$C_{хар}$ - рассчитанная характеристическая концентрация, мкг/дм³.

Спектрометр считается прошедшим поверку, если рассчитанные пределы обнаружения C_{np} не превышают значения, приведенные в таблицах 10 – 12.

Таблица 10 – Пределы обнаружения для пламенного атомизатора

№ п/п	Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
1	Zn	20
2	Cd	10
3	Ni	40
4	Fe	40
5	Mn	30

Продолжение таблицы 10

№ п/п	Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
6	Pb	300
7	Mg	10
8	Cu	30
9	Cr	50

Таблица 11 – Пределы обнаружения для электротермического атомизатора

№ п/п	Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
1	Cd	0,07
2	Ni	1,0
3	Mn	0,2
4	Pb	1,0
5	Cu	0,5
6	Cr	1,0

Таблица 12 – Пределы обнаружения для гидридной приставки

№ п/п	Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
1	As	1,0
2	Hg	0,5

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815.

Разработчики

Инженер 1 кат. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

И.о.зам.зав.лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»




Е.О. Зеньков

М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр атомно-абсорбционный повАА 400 Р, зав № _____

Документ на поверку: МП 18-241-2017 «Спектрометры атомно-абсорбционные повАА 400 Р.

Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), % _____
- атмосферное давление, кПа _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки характеристических концентраций

№ п/п	Элемент	Массовая концентрация элемента в поверочном растворе C , мг/дм ³ (мкг/дм ³)	Среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора ($n=5$)	Среднее арифметическое значение оптической плотности ($D_{хол}$) атомного пара холостой пробы ($n=5$)	Характеристическая концентрация, мкг/дм ³
1	2	3	4	5	6
1					
2					

Таблица А.2 – Результаты проверки относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов

№ п/п	Элемент	Результат измерений массовой концентрации элемента (n=5)	Среднее арифметическое результатов <i>n</i> измерений, мг/дм ³ (мкг/дм ³)	Относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов, %
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
1				
2				

Таблица А.3 – Результаты проверки определения пределов обнаружения

№ п/п	Элемент	Характеристическая концентрация, мг/дм ³ (по таблице А.1)	Результат измерений оптической плотности (D_w) атомного пара дистиллированной воды ($n=10$)	СКО результатов измерений оптической плотности (D_w) атомного пара дистиллированной воды	Предел обнаружения, мкг/дм ³
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
1					
2					

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

Дата _____

Организация, проводившая поверку _____