

УТВЕРЖДАЮ  
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Ханов Н.И.  
"26" мая 2014 г.

## СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО- АБСОРБЦИОННЫЕ МГА-1000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП-242-1781-2014

Руководитель отдела  
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник  
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

М.А.Мешалкин

Санкт - Петербург  
2014

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные МГА-1000 (далее спектрометры) и устанавливает методы их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Содержание и последовательность работ по поверке спектрометров должны соответствовать таблице 1.

Таблица 1

| Содержание работ   | Номер пункта методики поверки | Выполнение операций |                       |
|--|-------------------------------|---------------------|-----------------------|
|  |                               | Первичная поверка   | Периодическая поверка |
| Внешний осмотр и опробование   | 6.1                           | Да                  | Да                    |
| Проверка соответствия программного обеспечения   | 6.2                           | Да                  | Да                    |
| Определение предела обнаружения никеля и марганца  | 6.3                           | Да                  | Да                    |
| Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра | 6.4                           | Да                  | Да                    |

При получении отрицательных результатов по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка спектрометра прекращается, и он признается прошедшим поверку с отрицательным результатом.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие основные средства поверки:

- стандартный образец состава раствора ионов никеля (II) утвержденного типа ГСО 8001-93 (массовая концентрация

ионов никеля (II) 1 г/дм<sup>3</sup>, погрешность аттестованного значения не более  $\pm 1\%$ );

- стандартный образец состава раствора ионов марганца (II) утвержденного типа ГСО 8056-94 (массовая концентрация ионов марганца (II) 1 г/дм<sup>3</sup>, погрешность аттестованного значения не более  $\pm 1\%$ ).

2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства поверки:

- термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-50)°С, цена деления 0,5°С
- психрометр аспирационный М-34-М, ТУ 52.07(ГРПИ 405.132.001)-92, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100 %
- барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 5...50 мм<sup>3</sup> с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311-89;
- пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1 и 2 см<sup>3</sup> типов 1, 2 или 3 любого исполнения по ГОСТ 29227-91;
- пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5 см<sup>3</sup> любого исполнения по ГОСТ 29169-91;
- колбы мерные 2-50-2 и 2-100-2 по ГОСТ 1770 - 74;
- лампы спектральные для никеля и марганца типа ЛТ-6М или аналогичные по ТУ 50-280-97.

2.3 При проведении поверки применяют следующие химические реактивы и материалы:

- вода бидистиллированная или деионизованная;
- аргон газообразный высокой чистоты по ТУ 6-09-12-94;
- кислота азотная, ос.ч. по ГОСТ 11125-84.

2.4 Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке или поверительные клейма.

2.5 Средства измерений и стандартные образцы могут быть заменены аналогичными, обеспечивающими требуемую точность и пределы измерений, а вспомогательное оборудование, химические реактивы и материалы – обладающими аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

### **3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

3.1 Меры безопасности при поверке спектрометра должны соответствовать требованиям ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок».

3.2 При проведении поверки спектрометра необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

3.2 При проведении поверки необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (ПБ 10-115-96, Госгортехнадзор России).

### **4 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды ( $20 \pm 5$ )°С;
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

### **5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

При подготовке к проведению поверки продельывают следующие операции:

- подготавливают поверяемый спектрометр и средства поверки к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра;
- приготавливают поверочные растворы никеля и марганца в соответствии с Приложением А.

## **6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **6.1 Внешний осмотр и опробование**

6.1.1 Устанавливают отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса анализатора, могущих влиять на его метрологические характеристики.

6.1.2 Подключают спектрометр к сети, подготавливают его к работе и проверяют его работоспособность путем регистрации спектра лампы для определения никеля или марганца в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.1.3 Результаты опробования считаются положительными, если проверка работоспособности пройдена с положительным результатом.

### **6.2 Проверка соответствия программного обеспечения**

6.2.1 Запускают программное обеспечение к спектрометру стандартными средствами операционной системы, в главном меню выбирают элемент *Справка/О программе*. В открывшемся окне содержится информация о программном обеспечении.

6.2.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения соответствует идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

### **6.3 Определение предела обнаружения никеля и марганца**

6.3.1 Подготавливают спектрометр к работе и устанавливают его рабочие параметры для никеля в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра.

6.3.2 Проводят отжиг графитовой кюветы (от 5 до 10 раз) с целью устранения возможного загрязнения.

6.3.3 Проводят 6 измерительных циклов без ввода пробы, регистрируя каждый раз значение выходного сигнала спектрометра ( $A_{хол,i}$  (ед. абсорбции)·с) и при помощи программного обеспечения к спектрометру вычисляют среднеквадратическое отклонение нуле-

вого сигнала спектрометра ( $S_{хол}$ , (ед.абсорбции)·с). При вычислениях отбрасывать результаты измерений запрещается.

6.3.4 Измеряют  $n = 6$  раз выходной сигнал спектрометра ( $A_i$ , (ед.абсорбции)·с), вводя в атомизатор по  $20 \text{ мм}^3$  контрольного раствора никеля массовой концентрации  $10 \text{ мкг/дм}^3$ , приготовленного согласно Приложению А. Вычисляют среднее арифметическое значение измеренных значений ( $\bar{A}$ , (ед.абсорбции)·с), используя программное обеспечение к спектрометру.

**Примечание** - Допускается использование автосемплера для дозирования раствора.

6.3.5 Рассчитывают предел обнаружения ( $m_0$ , пг) никеля по формуле:

$$m_0 = \frac{3 \cdot S_{хол} \cdot C \cdot V}{\bar{A}} \quad (1)$$

где  $C$  - массовая концентрация контрольного раствора никеля,  $\text{мкг/дм}^3$ ;

$V$  - объем дозирования контрольного раствора никеля,  $\text{мм}^3$ .

6.3.6 Повторяют операции по 6.3.1 - 6.3.5, дозируя по  $10 \text{ мм}^3$  контрольного раствора марганца массовой концентрации  $5 \text{ мкг/дм}^3$ , и рассчитывают предел обнаружения марганца.

6.3.7 Спектрометр прошедшим поверку в части определения предела обнаружения никеля и марганца, если значения предела обнаружения не превышают значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

| Элемент  | Длина волны, нм | Предел обнаружения, пг |
|----------|-----------------|------------------------|
| Никель   | 232,0           | 20                     |
| Марганец | 279,5           | 3                      |

#### **6.4 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра**

6.4.1 Подготавливают спектрометр к работе и устанавливают его рабочие параметры для никеля в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра.

6.4.2 Проводят отжиг графитовой кюветы (от 5 до 10 раз) с целью устранения возможного загрязнения.

6.4.3 Измеряют  $n = 6$  выходной сигнал спектрометра, вводя в атомизатор по  $20 \text{ мм}^3$  контрольного раствора никеля массовой концентрации  $10 \text{ мкг/дм}^3$ , приготовленного согласно Приложению А.

**П р и м е ч а н и я**

1. Допускается использование автосемплера для дозирования раствора.
2. Допускается использовать результаты измерений, полученные по п.6.3.4.

6.4.4 Используя программное обеспечение к спектрометру, вычисляют среднее арифметическое значение измеренных значений выходного сигнала спектрометра ( $\bar{A}$ , (ед. абсорбции)·с) и относительное среднеквадратическое отклонение ( $S_r$ , %),.

**П р и м е ч а н и е** - Допускается отбрасывание наибольшего (наименьшего) результата измерений, который может быть признан выбросом на основании критерия Граббса для уровня значимости  $q = 5 \%$  согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

6.4.5 Повторяют операции по 6.4.2 - 6.4.4 с контрольным раствором марганца массовой концентрации  $5 \text{ мкг/дм}^3$  при объеме дозирования  $10 \text{ мм}^3$ .

6.4.6 Спектрометр считается прошедшим поверку в части определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, если для каждого из элементов - никеля и марганца относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала не превышает 5%.

## **7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

7.1 Результаты, полученные при поверке, заносятся в протокол по форме Приложения Б.

7.2 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к дальнейшей эксплуатации. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательными результатами, к эксплуатации не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

### Методика приготовления поверочных растворов

#### ***А.1 Приготовление основных растворов никеля и марганца массовой концентрации 100 мг/дм<sup>3</sup>***

А.1.1 Растворы готовят в день использования при температуре окружающего воздуха ( $20 \pm 2$ )°С, причем изменение температуры за все время работы не должно превышать  $\pm 0,5$ °С.

А.1.2 Вскрывают ампулу стандартного образца состава раствора ионов соответствующего металла массовой концентрации 1,0 г/дм<sup>3</sup>, отбирают пипеткой с одной отметкой 5 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация ионов соответствующего металла в полученном растворе составляет 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Срок хранения раствора - 3 месяца.

#### ***А.2 Приготовление промежуточных растворов никеля и марганца массовой концентрации 1 мг/дм<sup>3</sup>***

Отбирают пипеткой 1 см<sup>3</sup> основного раствора элемента по А.1.2 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация ионов соответствующего металла в полученном растворе составляет 1 мг/дм<sup>3</sup>.

Срок хранения раствора - 7 дней.

#### ***А.3 Приготовление поверочного раствора никеля массовой концентрации 10 мкг/дм<sup>3</sup>***

1 см<sup>3</sup> промежуточного раствора никеля массовой концентрации 1 мг/дм<sup>3</sup> по А.2 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты,



разбавляют до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор готовят в день использования.

Доверительные границы относительной неисключенной систематической погрешности массовой концентрации никеля в поверочном растворе для доверительной вероятности  $P = 0,95$  составляют  $\pm 2,0$  %.

#### ***А.4 Приготовление поверочного раствора марганца массовой концентрации 5 мкг/дм<sup>3</sup>***

0,5 см<sup>3</sup> промежуточного раствора марганца массовой концентрации 1 мг/дм<sup>3</sup> по А.2 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор готовят в день использования.

Доверительные границы относительной неисключенной систематической погрешности массовой концентрации марганца в поверочном растворе для доверительной вероятности  $P = 0,95$  составляют  $\pm 2,8$  %.

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
(обязательное)  
**Форма протокола поверки**

**ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ от " \_\_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ г.**

поверки спектрометра атомно-абсорбционного МГА-1000, зав. номер \_\_\_\_\_

1. Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа

относительная влажность воздуха \_\_\_\_\_ %

2. Средства поверки: ГСО состава раствора никеля ГСО 8001-93, ГСО состава раствора марганца ГСО 8056-94.

3. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

4. Результаты опробования \_\_\_\_\_

5. Определение предела обнаружения:

| Никель                 |              |   |              |
|------------------------|--------------|---|--------------|
| №                      | $A_{хол, i}$ | № | $A_{хол, i}$ |
| 1                      |              | 4 |              |
| 2                      |              | 5 |              |
| 3                      |              | 6 |              |
| СКО ( $S_{хол}$ )      |              |   |              |
| Предел обнаружения, пг |              |   |              |

| Марганец               |              |   |              |
|------------------------|--------------|---|--------------|
| №                      | $A_{хол, i}$ | № | $A_{хол, i}$ |
| 1                      |              | 4 |              |
| 2                      |              | 5 |              |
| 3                      |              | 6 |              |
| СКО ( $S_{хол}$ , пг)  |              |   |              |
| Предел обнаружения, пг |              |   |              |

Примечание - Значения выходного сигнала спектрометра выражены в (ед. абсорбции)·с

6. Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра:

| Никель      |       |   |       |
|-------------|-------|---|-------|
| №           | $A_i$ | № | $A_i$ |
| 1           |       | 4 |       |
| 2           |       | 5 |       |
| 3           |       | 6 |       |
| $\bar{A}$ , |       |   |       |
| $S_r$ , %   |       |   |       |

| Марганец    |       |   |       |
|-------------|-------|---|-------|
| №           | $A_i$ | № | $A_i$ |
| 1           |       | 4 |       |
| 2           |       | 5 |       |
| 3           |       | 6 |       |
| $\bar{A}$ , |       |   |       |
| $S_r$ , %   |       |   |       |

Примечание - Значения выходного сигнала спектрометра выражены в (ед. абсорбции)·с

Результаты поверки: \_\_\_\_\_

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство (из-  
вещение о непригодности) № \_\_\_\_\_

Поверитель: