

«СОГЛАСОВАНО»



Заместитель директора  
ФГУП ВНИИОФИ

\_\_\_\_\_/Н.П.Муравская/

«03» февраля 2012 г.

**Государственная система обеспечения единства измерения**  
**Спектрометры атомно-абсорбционные PinAAcle модели**  
**900F, 900T, 900H, 900Z**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 09.Д4-12\*

\* - Издание (июль 2015г.) с Изменением №1, утвержденным в июле 2015г.

*з.р. 49670-12*

г. Москва  
2012 г

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные PinAAcle модели 900F, 900T, 900H, 900Z (далее по тексту - спектрометры) производства «PerkinElmer Inc.», США и определяет методы и средства их первичной и периодической поверок.

Спектрометры подлежат первичной поверке перед вводом в эксплуатацию и периодической поверке в процессе эксплуатации или после ремонта.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции	
		При ввозе в страну и после ремонта	В процессе эксплуатации
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Проверка идентификационных данных ПО	6.3	Да	Да
Опробование	6.4	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.5	Да	Да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
6.5	Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Al (ГСО 7758-2000), Cu (ГСО 7764-2000), Cd (ГСО 7773-2000), Pb (ГСО 7778-2000), Ca (ГСО 7772-2000), Zn (ГСО 7770-	Массовая концентрация ионов металлов Al, Cu, Cd, Pb, Ca, Zn, 1,0 мг/см <sup>3</sup> . Погрешность измерения концентрации 1% при доверительной вероятности

	2000)	$p=0,95$ .
6.5	Меры вместимости по ГОСТ 29227, 29169, 1770	Класс точности 2
3.1	Термогигрометр электронный «CENTER» модели 315 фирмы CENTER Technology Corp, Тайвань	Диапазон измерений температуры $-20 \div +60$ °С, цена деления 0,1 °С. Предел погрешности измерения $\pm 0,8$ °С. Диапазон измерений относительной влажности $10 \div 100$ %, цена деления 0,1 %. Предел погрешности измерения $\pm 3\%$

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определенные характеристики с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

### 3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С  $20 \pm 2$
- относительная влажность воздуха, %  $20 \div 80$
- атмосферное давление, мм.рт.ст.  $760 \pm 35$
- напряжение питающей сети переменного тока, В  $(210 - 230) \pm 5\%$
- при частоте, Гц  $50 \div 60$ .

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Установка и подготовка спектрометра к работе, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении поверочных измерений осуществляется в соответствии с требованиями технического руководства спектрометра.

4.2. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, установленные ГОСТ 12.1.007, ГОСТ Р 12.1.019, ГОСТ 12.1.004, а также приведённые в техническом руководстве спектрометра.

4.3. Поверка спектрометра должна проводиться с соблюдением требований:

- «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором;
- «Правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденных Госгортехнадзором.

### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1. К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и техническое руководство спектрометра;
- имеющие навык работы в химической или биохимической лаборатории;

- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-90 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей», утверждённых Госэнергонадзором от 21.12.1984;

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории;

- аттестованные в качестве поверителей в соответствии с ПР 50.2.012.

5.2. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в техническом руководстве спектрометра.

## **6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **6.1. Внешний осмотр.**

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентификационный номер спектрометра.

- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

- соответствие фактической комплектности спектрометра указанной в руководстве по эксплуатации (без запасных частей).

- наличие документов о результатах предыдущей.

6.1.2. Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

### **6.2. Подготовка к поверке**

6.2.1. Все действия с спектрометром осуществляются только в соответствии с его техническим описанием и техническим руководством.

6.2.2 Если это не выполнено ранее, перед поверкой должны быть выполнены следующие операции:

- запустить программное обеспечение Syngistix for AA с персонального компьютера;

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

- включить подачу газов;

- включить питание от сети переменного тока и сетевые тумблеры на спектрометре;

- подготовить контрольные растворы.

### **6.3. Проверка идентификационных данных ПО**

6.3.1. Идентификационные данные программного обеспечения должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

**Таблица 3**

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Syngistix for AA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

6.3.2. Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

6.3.3. Если данные требования не выполняются, то спектрометр считается непригодным к применению, к эксплуатации не допускается, выписывается свидетельство о непригодности, дальнейшие пункты методики не выполняются.

**6.4. Опробование**

6.4.1. При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

- проверка общего функционирования прибора;
- проверка спектрального диапазона (согласно п. 6.4.2.).

6.4.2. Проверка спектрального диапазона поверяемого спектра заключается в поочередной настройке спектрометра для определения элементов, представленных в таблице 4.

Таблица 4.

Элемент	Длина волны, нм
Zn	213,9
Cu	324,7

6.4.3. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если спектрометр соответствует всем перечисленным выше требованиям.

**6.5. Определение метрологических характеристик**

Для определения метрологических характеристик следует подготовить контрольные растворы в соответствии с инструкцией по применению ГСО и в соответствии с требованиями данной Методики поверки.

**6.5.1. Определение характеристической концентрации (чувствительности).**

6.5.1.1. Определение характеристических концентраций проводится для следующих элементов представленных в таблице 5.

Таблица 5

Элемент	Длина волны, нм	Пламенная атомизация	Электротермическая атомизация
Al	309,3	+*	+
Ca	422,7	+	-
Cu	324,7	+	+
Zn	213,9	+	-
Cd	228,8	-	+
Pb	217,0	-	+

\* измерения проводится, если атомно-абсорбционный спектрометр укомплектован горелкой «ацетилен/закись азота».

6.5.1.2. В соответствии с инструкцией по применению ГСО, подготовить градуировочные растворы с указанными в таблицах 6 и 7 с концентрациями.

Таблица 6

Элемент	Пламенная атомизация, (концентрация градуировочных растворов, мг/дм <sup>3</sup> )
Al	2,0; 10,0; <b>50,0</b>
Ca	0,5; <b>4,0</b> ; 10,0
Cu	0,5; <b>1,0</b> ; 5,0
Zn	0,1; <b>0,5</b> ; 2,0

Таблица 7

Элемент	Пламенная атомизация, (концентрация градуировочных растворов, мг/дм <sup>3</sup> )
Al	5,0; 10,0; <b>50,0</b>
Cd	0,1; 0,5; <b>2,5</b>
Cu	0,5; 5,0; <b>20,0</b>
Pb	2,0; 10,0; <b>25,0</b>

6.5.1.3. В соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра провести калибровку спектрометра по перечисленным градуировочным растворам.

6.5.1.4. Для каждого элемента в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра провести трехкратное (n=3) измерение концентрации  $C_i$  поверочного раствора, выделенного в таблицах 6 и 7 жирным шрифтом.

6.5.1.5. Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений, по формуле (1):

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

6.5.1.6. Характеристическая концентрация ( $C_{\text{хар}}$ ) определяемого элемента вычисляется по формуле (2):

$$C_{\text{хар}} = \frac{0,0044 \times \bar{C}}{\bar{D}} \quad (2)$$

где  $\bar{C}$  - среднее значение концентрации контрольного раствора, мкг/дм<sup>3</sup>;  
 $\bar{D}$  - среднее значение оптической плотности при измерении концентрации контрольного раствора, рассчитывается по формуле (5)

6.5.1.7. Спектрометр с пламенным атомизатором, считается годным к применению, если значения характеристической концентрации не превышают значений, указанных в таблице 8.

6.5.1.8. Спектрометр с электротермическим атомизатором, считается годным к применению, если значения характеристической массы  $m_{\text{хар}}$ , вычисленное по формуле ( $m_{\text{хар}} = C_{\text{хар}} \cdot 20$ ) при объеме дозирования 20 мм не превышают значений, указанных в таблице 8.

Таблица 8

Элемент	Пламенная атомизация	Электротермическая атомизация
Al*	1100	40
Ca	300	-
Cu	200	20
Zn	30	-
Cd	-	1,5
Pb	-	40

\*измерение проводится, если атомно-абсорбционный спектрометр укомплектован горелкой «ацетилен/закись азота».

### 6.5.2. Определение относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности спектрометра.

6.5.2.1. Произвести действия согласно пунктам 6.5.2.2÷6.5.2.3

6.5.2.2. Стандартное отклонение среднеарифметического,  $\sigma$  вычисляется по формуле (3):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}} \quad (3)$$

6.5.2.3. Относительное СКО случайной составляющей погрешности  $S$ , выраженное в % вычисляется по формуле (4):

$$S = \frac{100 \times \sigma}{\bar{C}} \quad (4)$$

6.5.2.4. Спектрометр считается годным к применению, Если полученное значение  $S$ , не превышает:

- для пламенного атомизатора  $\pm 7\%$ ;
- для электротермического атомизатора  $\pm 12\%$ .

### 6.5.3. Определение предела обнаружения.

6.5.3.1. Определение предела обнаружения для спектрометра проводится для одного элемента – меди. Длина волны 324,7 нм. Объем дозирования для электротермического атомизатора 20 мм<sup>3</sup>. Определение предела обнаружения должно осуществляться с учетом промахов.

6.5.3.2. Провести 10-и кратное ( $n=10$ ) измерение оптической плотности деионизированной воды  $D_{iw}$ .

6.5.3.3. Рассчитывается среднеарифметическое измеренных значений  $\overline{D_w}$ , по формуле (5):

$$\overline{D_w} = \frac{\sum_{i=1}^n D_{iw}}{n} \quad (5)$$

6.5.3.4. Стандартное отклонение среднеарифметического,  $\sigma_w$  вычисляется по формуле (6):

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{iw} - \overline{D_w})^2}{(n-1)}} \quad (6)$$

6.5.3.5. Пределы обнаружения элемента,  $C_{пр}$  вычисляется по следующим формулам:

для пламенного атомизатора:

$$C_{пр} = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot 0,0013}{0,2} \quad (7)$$

для электротермического атомизатора:

$$C_{пр} = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot 25}{0,15} \quad (8)$$

6.5.3.6. Спектрометр считается ягодным к применению, если рассчитанные пределы обнаружения  $C_{пр}$  не превышают:

- для пламенного атомизатора 4,0 мкг/дм<sup>3</sup>;
- для электротермического атомизатора 0,4 мкг/дм<sup>3</sup>.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки вносятся в протокол по прилагаемой форме Приложение.

7.2. Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 6.5.1 - 6.5.4 фактических значений метрологических характеристик спектрометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектрометры допускают к эксплуатации.

7.3. Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.



ПРИЛОЖЕНИЕ  
К Методике поверки  
Спектрометры атомно-абсорбционные  
PinAAcle модели 900F, 900T, 900H, 900Z

## ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки  
от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_\_ года

Средство измерений: Спектрометры атомно-абсорбционные PinAAcle модели 900F,  
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков),  
900T, 900H, 900Z

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделенным знаком «косая дробь» / )

Зав. № \_\_\_\_\_ №/№ \_\_\_\_\_  
Заводские номера блоков

№/№ \_\_\_\_\_

Принадлежащее \_\_\_\_\_  
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 09.Д4-12

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов \_\_\_\_\_  
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: \_\_\_\_\_

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Получены результаты поверки метрологических характеристик: \_\_\_\_\_

(приводят данные: требования методики поверки / фактически получено при поверке)

Рекомендации \_\_\_\_\_  
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность