

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора -
заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

«14» июня 2017 г.



ИНСТРУКЦИЯ
СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ CONTRAA 800
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-671-1849-2017

р.п. Менделеево,
2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции поверки	3
2	Средства поверки	3
3	Требования безопасности	4
4	Условия поверки	4
5	Подготовка к поверке	4
6	Проведение поверки	4
7	Оформление результатов поверки	8
	Приложение А	9

Введение

Настоящая методика распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные contrAA 800 (далее – спектрометры) фирмы «AnalytikJena AG», Германия, и определяет методы и средства их первичной (после ввоза в РФ и ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверок в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

1 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики
Внешний осмотр	6.1
Опробование	6.2
Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3
Определение метрологических характеристик	6.4
- Определение характеристических концентраций	6.4.2
- Определение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации	6.4.3
- Определение пределов обнаружения элементов	6.4.4

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается, и спектрометр бракуется.

2 Средства поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов свинца	ГСО 7877-2000
6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов марганца	ГСО 7875-2000
6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов меди	ГСО 7836-2000
6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов калия	ГСО 8092-94
6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов хрома	ГСО 7834-2000
6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов мышьяка	ГСО 7976-2001

Продолжение таблицы 2

6.4	Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов ртути	ГСО 7879-2000
6.4	Вода для лабораторного анализа степень чистоты 1	ГОСТ Р 52501-2005
6.4	Меры вместимости класс точности 2	ГОСТ 29227-91 ГОСТ 1770-74

2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик 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 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности при поверке должны соответствовать требованиям, изложенным в настоящей методике поверки, а также в эксплуатационной документации на поверочное оборудование и средства измерений.

3.2 К проведению поверки допускаются лица с высшим или среднетехническим образованием, имеющие опыт работы со спектрометрами и изучившие руководство по эксплуатации (РЭ) и методику поверки спектрометра.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды, °С	от 15 до 29;
относительная влажность воздуха, %	от 20 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106;
напряжение сети, В	от 198 до 242.

4.2 При проведении поверки спектрометр должен быть защищен от прямого воздействия ярких источников света.

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации 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 поверки (при периодической поверке).

6.1.2. Оборудование, имеющее дефекты, бракуется и дальнейшей поверке не подлежит.

6.2 Опробование.

6.2.1 Опробование спектрометра заключается в его включении и запуске программного обеспечения.

6.2.2 Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее не появляется сообщений об ошибках.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

6.3.1 Определение номера версии автономного программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы ASpect CS в строке команд щелкнуть мышью на команду «?». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «О программе», в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана приведена на рисунке 1.

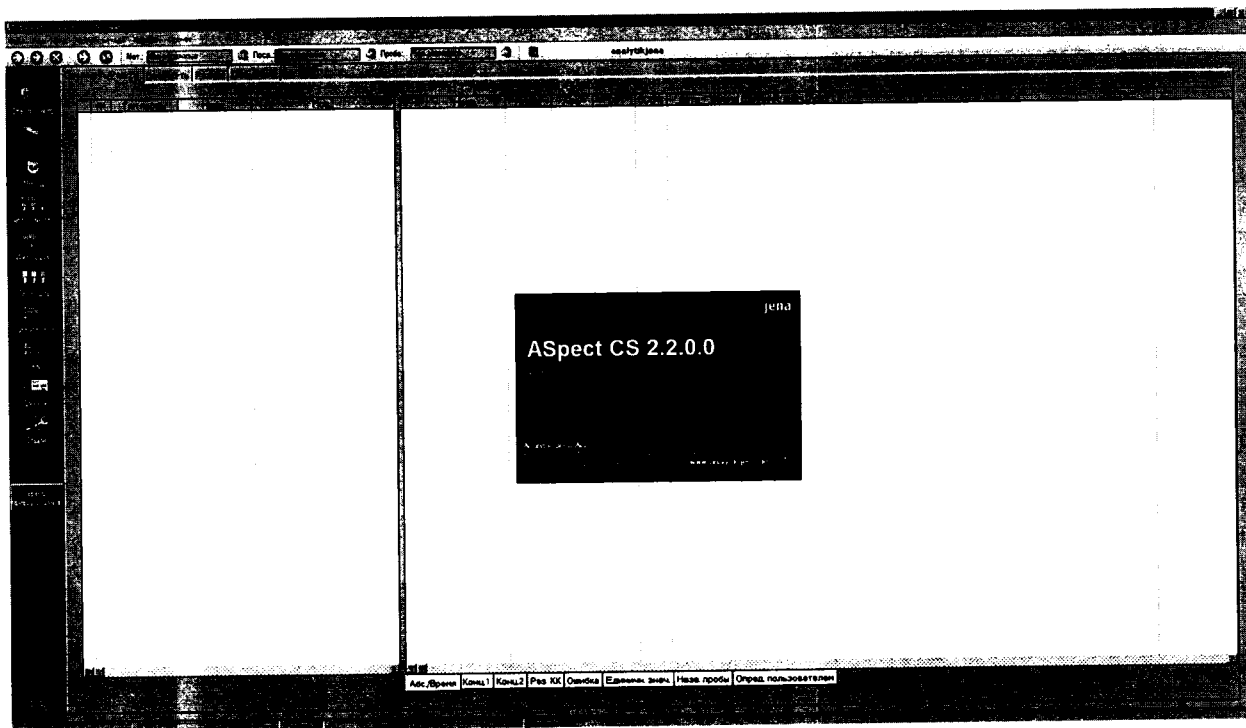


Рисунок 1 – Окно с идентификационными данными программы ASpect CS

6.3.2 Результаты поверки считать положительными, если версия автономного ПО ASpect CS – 2.2.0.0 и выше.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1 Характеристические концентрации, относительные случайные погрешности, пределы обнаружения определяют для двух элементов для пламенного атомизатора, для одного элемента для электротермического атомизатора и для одного элемента для ртутно-гидридной системы на длинах волн, указанных в таблице 3. Измерения в электротермическом атомизаторе производят без использования матричного модификатора. Термообработку проводят при температуре 300 °С.

6.4.1.1 В соответствии с инструкцией по применению ГСО приготовить поверочный раствор с концентрациями элементов, указанными в таблице 3¹.

¹ Методом разбавления в дистиллированной воде (по объему).

Таблица 3 – Элементы, длины волн и концентрации в поверочных растворах

Элемент	Длина волны, нм	Концентрация элемента в поверочном растворе, мкг/дм ³
для пламенного атомизатора		
Pb	217,001	от 1000 до 10000
Mn	279,482	от 500 до 5000
Cu	324,754	от 500 до 5000
K	766,491	от 500 до 5000
для электротермического атомизатора		
Pb	217,001	от 5,0 до 25,0
Mn	279,482	от 1,0 до 10,0
Cu	324,754	от 1,0 до 10,0
Cr	357,869	от 1,0 до 10,0
для ртутно-гидридной приставки		
As	193,696	от 1,0 до 5,0
Hg	253,652	от 1,0 до 5,0

6.4.2 Определение характеристических концентраций.

В соответствии с РЭ провести по 5 параллельных измерений оптической плотности поверочных растворов и холостой пробы (дистиллированной воды) на соответствующих длинах волн. Условия проведения анализа должны соответствовать рекомендованным (стандартным) условиям для соответствующего атомизатора. Регистрация аналитического сигнала производится по 5 пикселям.

Характеристическая концентрация рассчитывается по формуле (1):

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

где С – массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мг/дм³ (или мкг/дм³); D – среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации С; D_{хол} – среднее арифметическое значение оптической плотности паров холостой пробы (дистиллированная вода).

6.4.2.1 Результаты поверки считать положительными, если значения характеристических концентраций не превышают значений, указанных в таблице 4.

6.4.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации.

6.4.3.1 ОСКО рассчитывается по формуле (2) по результатам измерений для раствора, для которого производился расчет характеристической концентрации:

$$S_j = \frac{100}{D} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (D - D_i)^2}{n - 1}}, \% \quad (2)$$

где D – среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара

поверочного раствора; D_i – i -ое значение результата измерений оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора; n – число измерений ($n=5$).

6.4.3.2 Результаты поверки считать положительными, если значения ОСКО случайной составляющей погрешности не превышают значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Предельные допускаемые значения характеристических концентраций и ОСКО случайной составляющей погрешности

Элемент	Предельные допускаемые значения	
	$C_{хар}$, не более, мкг/дм ³	S , не более, %
для пламенного атомизатора		
Pb	200	3,0
Mn	50	3,0
Cu	70	3,0
K	30	3,0
для электротермического атомизатора		
Pb	0,90	5,0
Mn	0,25	5,0
Cu	0,35	5,0
Cr	0,40	5,0
для ртутно-гидридной приставки		
As	0,1	10,0
Hg	0,5	10,0

6.4.4 Определение пределов обнаружения элементов

6.4.4.1 На длине волны каждого элемента, используемого для поверки, провести 10-кратное ($n=10$) измерение оптической плотности атомного пара дистиллированной или деионизованной воды.

6.4.4.2 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений по формуле (3) и рассчитать стандартное отклонение в соответствии с формулой (4):

$$\bar{D}_{хол} = \frac{\sum_{i=1}^n D_j}{n}, \quad (3)$$

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_j - \bar{D}_{хол})^2}{(n-1)}}, \quad (4)$$

где $\bar{D}_{хол}$ – среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности атомного пара холостой пробы, D_j – j -ое значение измеренной оптической плотности атомного пара холостой пробы, n – количество измерений.

6.4.4.3 Предел обнаружения ($C_{пр}$, мкг/дм³) элементов определяют по формуле (5):

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

где 0,0044 – коэффициент поглощения сигнала; $C_{хар}$ – результаты расчета характеристической концентрации элементов, σ_w – стандартное отклонение оптической плотности атомного пара холостой пробы; $\bar{D}_{хол}$ – среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности атомного пара холостой пробы, D_j – j -ое значение измеренной оптической плотности атомного пара холостой пробы, n – количество измерений.

6.4.4.4 Результаты поверки считать положительными, если рассчитанные пределы

обнаружения $C_{пр}$ не превышают значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Пределы обнаружения элементов

Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³
для пламенного атомизатора	
Pb	100
Mn	30
Cu	30
K	20
для электротермического атомизатора	
Pb	2,5
Mn	0,7
Cu	0,8
Cr	1,0
для ртутно-гидридной приставки	
As	1,0
Hg	0,5

7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки спектрометра заносят в протокол (Приложение А).

7.2 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленного образца в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015. При этом знак поверки в виде наклейки наносится на свидетельство о поверке.

7.3 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причины непригодности в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015.

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»


В. И. Добровольский

Начальник лаборатории 671
ФГУП «ВНИИФТРИ»


А.А. Стахеев

ПРИЛОЖЕНИЕ А
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Заводской №: _____
Дата выпуска: _____
Дата поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха: _____
атмосферное давление: _____
относительная влажность: _____

В ходе поверки использовалась горелка для пламени ацетилен-воздух, ацетилен-закись азота (нужное подчеркнуть) длиной _____ мм.

Тип атомизатора: пламенный, электротермический, ртутно-гидридная приставка (нужное подчеркнуть).

Для поверки использовались стандартные образцы растворов металлов

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

Наименование параметра	Допускаемое значение параметра по описанию типа	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение о пригодности прибора (годен, не годен)
1	2	3	4
1 Проведение внешнего осмотра	Визуально		
2 Опробование	Визуально		
3 Характеристическая концентрация			
4 ОСКО случайной составляющей погрешности при измерении концентрации			
5 Предел обнаружения элементов			

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) № _____

Поверитель

Дата поверки