

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры атомно-абсорбционные повАА 800

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 22-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в мае 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование.....	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	12

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры атомно-абсорбционные повАА 800. Методика поверки	МП 22-241-2019
--	-----------------------

Дата введения в действие: май 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные повАА 800 (далее - спектрометры) производства фирмы «Analytik Jena AG», Германия, 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 документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» с изменением, утвержденным приказом Минпромторга № 5329 от 28.12.2018.

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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

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 операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
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	да

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 7256-96 (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 7265-96 (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 7266-96 (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 7257-96 (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 %).

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

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 18 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 20 до 80 |

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

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

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить спектрометр и запустить процедуру проверки системы в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Номер версии ПО идентифицируется при обращении к соответствующему пункту меню ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ASpect LS
Номер версии ПО	не ниже 1.6.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

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 (мкг/дм³);

D - среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации C_A (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

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

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.

Полученные значения характеристических концентраций и относительного СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации элементов не должны превышать 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	10,0
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), стандартное отклонение (σ_w) и пределы обнаружения элемента ($C_{пр}$) по формулам:

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

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

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

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

$C_{хар}$ - рассчитанная характеристическая концентрация по 8.3.3, мкг/дм³.

Полученные значения пределов обнаружения $C_{пр}$ не должны превышать значений, приведенных 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
6	Pb	200
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

8.3.6 Если спектрометр используется для измерения не всех элементов, указанных в таблицах 7-12, то по заявлению заказчика поверку допускается проводить только для тех элементов, которые указаны в заявлении заказчика с соответствующей записью в свидетельстве о поверке.

9 Оформление результатов поверки

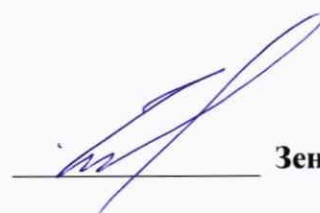
9.1 Оформить протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде наклейки наносится на лицевую панель спектрометра в соответствии с рисунком 1 описания типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Инженер I кат. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр атомно-абсорбционный повАА 800, зав. № _____

Документ на поверку: МП 22-241-2019 «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные повАА 800. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность воздуха, % _____

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 _____