

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям  
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

« 7 » 10 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой ICP-OES Agilent  
модели 5800 и 5900

**Методика поверки  
МП 038.Д4-20**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« 7 » 10 2020 г.

Главный научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

« 7 » 10 2020 г.

г. Москва  
2020

## ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой ICP-OES Agilent модели 5800 и 5900 (далее по тексту – спектрометры), изготовленные фирмой «Agilent Technologies Bayan Lepas Free», Malaysia, предназначенные для измерения массовой концентрации элементов в водных растворах, природных и сточных водах, растворах, продуктах питания, почвах, металлах и их сплавах, геологических пробах, рудах, концентратах, нефти, нефтепродуктах и отработанных смазочных маслах в соответствии с аттестованными методами (методиками) измерений и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

### 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

1.2 При проведении поверки должны производиться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование и идентификация программного обеспечения	6.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.3		
Определение уровня выходного сигнала по раствору бария с массовой концентрацией 5 мг/л на длине волны 493,408 нм	6.3.1	Да	Да
Определение относительного СКО уровня выходного сигнала	6.3.2	Да	Да
Определение пределов обнаружения массовой концентрации элементов	6.3.3	Да	Да
Определение пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации элементов при измерении массовой концентрации элементов 1,0 мг/л	6.3.4	Да	Да

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

### 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений, указанные в таблице 2.



Таблица 2 – Основные и вспомогательные средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3.1-6.3.4	<p><b>Основные:</b></p> <p>ГСО 7770-2000 Стандартный образец состава раствора ионов цинка. Массовая концентрация ионов цинка от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>; Границы допускаемых значений относительной погрешности массовой концентрации ионов цинка при P=0,95 ± 1 %.</p> <p>ГСО 7764-2000 Стандартный образец состава раствора ионов меди. Массовая концентрация ионов меди от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>; Границы допускаемых значений относительной погрешности массовой концентрации ионов меди при P=0,95 ± 1 %.</p> <p>ГСО 7760-2000 Стандартный образец состава раствора ионов бария. Массовая концентрация ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>; Границы допускаемых значений относительной погрешности массовой концентрации ионов бария при P=0,95 ± 1 %.</p> <p><b>Вспомогательные:</b></p> <p>1-канальные механические дозаторы «ВИОНИТ», регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 36152-07</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- с варьируемым объемом дозирования от 0,1 до 1,0 мл; Допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С составляет от ± 2,0 до ± 0,6 %.</li> <li>- с варьируемым объемом дозирования от 0,01 до 0,1 мл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С составляет от ± 3,0 до ± 0,8 %.</li> <li>- с варьируемым объемом дозирования от 0,002 до 0,02 мл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С составляет от ± 3,0 до ± 0,9 %.</li> </ul> <p>Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 50 мл.</p> <p>Вода 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005.</p> <p>Термогигрометр электронный «CENTER» модели 315, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 22129-09.</p> <p>Диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С; Предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры ± 0,8 °С;</p> <p>Диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %; Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения относительной влажности ± 3 %.</p> <p>Барометр-анероид метеорологический «БАММ-1» регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 5738-76.</p> <p>Диапазон измеряемого давления от 80 до 106 кПа (от 600 до 800 мм рт.ст.); Пределы допускаемых погрешностей барометра, не более:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- основной ± 0,2 (1,5) кПа (мм рт.ст.)</li> </ul>



Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
	- дополнительной $\pm 0,5$ (3,75) кПа (мм рт.ст.); Аргон газообразный в баллонах по ГОСТ 10157-2016.

2.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

2.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию на спектрометры;

- прошедшие обучение на право поверки по требуемому виду измерений;

- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с Правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328н;

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на спектрометры.

3.3. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ. Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С:  $(20 \pm 5)$ ;
- относительная влажность воздуха, %: от 10 до 80
- атмосферное давление, кПа:  $(100 \pm 4)$

4.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим.

4.3 Помещение, где проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями СП 60.13330.2016 и ГОСТ 12.4.021-75.

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Провести измерения параметров окружающей среды.

5.2 Проверить выполнение требований, указанных в п.4.

5.3 Включить вытяжную систему лаборатории.

5.4 Включить систему подачи аргона. Спектрометры используют аргон в качестве плазмообразующего газа и газа продувки. На баллоне с газообразным аргоном при помощи редуктора установить подачу газа под давлением от 0,6 до 0,7 мПа.

5.5 Включить водяной охладитель спектрометра.

5.6 Включить автоматическую систему подачи проб, при ее наличии.

5.7 Включить компьютер.

5.8 Установить переключатель питания от электросети на левой стороне спектрометра в положение «Вкл.»

5.9 Нажать кнопку включения питания на передней панели спектрометра.

5.10 Приготовить контрольные растворы ионов элементов в соответствии с приложением Б данной методики.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого спектрометра следующим требованиям:

- соответствие комплектности спектрометра с руководством по эксплуатации «Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой ICP-OES Agilent модели 5800 и 5900»;
- наличие маркировки на спектрометре (наименование и заводской номер спектрометра);
- отсутствие механических повреждений.

6.1.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если:

- комплектность спектрометра соответствует руководству по эксплуатации;
- отсутствуют механические повреждения корпуса спектрометра, элементов управления;
- на шильдике спектрометра указаны наименование и заводской номер.

### 6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения

6.2.1 После включения питания светодиодный индикатор питания загорится зеленым цветом, спектрометр находится в состоянии готовности, при котором выполняется постоянная продувка и контроль его полихроматора с помощью термореле.

6.2.2 Дважды щелкните значок «ICP Expert» на рабочем столе, чтобы запустить программу «ICP Expert». Появится начальная страница.

6.2.3 Выполнить поджиг плазмы – для этого нажать кнопку «Плазма» в программе «ICP Expert».

6.2.4 Выполнить прогрев спектрометра в течение 20 минут после поджига плазмы.

6.2.5 Установить во вкладке «условия» программы «ICP Expert» параметры измерения, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Параметры измерения

Объект/процедура	Устанавливаемые параметры	Значение
Плазма	Мощность, передаваемая на плазму	1,20 кВ·А
	Скорость подачи аргона в плазму	12 л/мин
	Скорость подачи вспомогательного газа (аргона)	1,0 л/мин
	Скорость подачи аргона через распылитель	0,7 л/мин
	Время одного измерения	10 с
	Время стабилизации	15 с
Измерение образцов	Время задержки	35 с
	Время промывки	10 с
	Скорость вращения насоса	12 об/мин
	Количество измерений (репликаты)	Не менее 10
	Высота точки обзора факела	12
Исходные установки	Тип	Analyte
	Кол-во точек на пик	2
	Метод коррекции фона	Нет/Сглаживание

6.2.7 По усмотрению поверителя параметры могут быть оптимизированы для достижения лучших результатов.

6.2.8 Идентификация программного обеспечения:



6.2.8.1 При запуске ПО показывается окно с версией. Так же, окно с аналогичной информацией можно открыть из ПО, нажав на кнопку с изображением стрелки рядом с надписью «Справка» и затем кликнув по пункту «О ICP Expert».

Идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения системы приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ICP Expert
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	7.5.X.Y
Цифровой идентификатор ПО	-

6.2.9 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если после включения питания светодиодный индикатор питания загорится зеленым цветом, идентификационные данные ПО соответствуют таблице 4.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

#### 6.3.1 Определение уровня выходного сигнала по раствору бария с массовой концентрацией 5 мг/л на длине волны 493,408 нм

6.3.1.1 В программе «ICP Expert» создать новый рабочий лист («Новый» -> «Количественный»).

6.3.1.2 Новый рабочий лист сохранить с использованием имени, позволяющего однозначно его идентифицировать в дальнейшем.

6.3.1.3 На вкладке «Конфигурация» отключить все опции (снять знак «v»), кроме опции «Проботборник», если он присутствует и планируется его использование.

6.3.1.4 На вкладке «Элементы» выбрать из таблицы Менделеева требуемые элементы: цинк, барий, медь. Для каждого элемента в таблице длин волн выбрать нужную длину волны: 213,857 нм для цинка, 327,395 нм для меди, 614,171 нм для бария и нажать кнопку «Добавить».

6.3.1.5 На вкладке «Стандарты» задать количество 2 и массовые концентрации контрольных растворов ионов элементов 0,1 и 5,0 мг/л, приготовленные в соответствии с Б.7.1 и Б.7.3 приложения Б.

6.3.1.6 На вкладке «Последовательность» задать количество измеряемых образцов 1 и название образца в таблице.

6.3.1.7 Используя контрольный раствор ионов элементов №3, приготовленный в соответствии с приложением Б данной методики, измерить уровень выходного сигнала  $V_a$  для режимов радиального и осевого обзора на длине волны 493,408 нм не менее 10 раз. Для чего в колбу с контрольным раствором ионов элементов №3 поместить капилляр распылителя спектрометра и нажать кнопку «Запуск» для выполнения анализа.

6.3.1.8 По завершению анализа в окне информации отобразится значение уровня выходного сигнала.

6.3.1.9 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если уровень выходного сигнала по раствору бария с массовой концентрацией 5 мг/л на длине волны 493,408 нм для режима радиального обзора не ниже  $5,0 \cdot 10^5$ , для режима осевого обзора не ниже  $2,5 \cdot 10^6$ .

#### 6.3.2 Определение относительного СКО уровня выходного сигнала

6.3.2.1 По данным, полученным в 6.3.1.7 рассчитать относительное СКО уровня выходного сигнала по формуле (1).

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{I}}, \quad (1)$$

где  $I_i$ ,  $\bar{I}$  – измеренное значение уровня выходного сигнала спектрометра для бария и среднее значение уровня выходного сигнала спектрометра для бария;

$n$  – количество измерений

6.3.2.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если относительного СКО уровня выходного сигнала не превышает 1 % для радиального обзора и 0,5 % для осевого обзора.

### 6.3.3 Определение пределов обнаружения массовой концентрации элементов

6.3.3.1 В колбу объёмом 50 мл с водой 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 поместить капилляр распылителя спектрометра.

6.3.3.2 На вкладке «Последовательность» в программе задать количество измеряемых образцов 1 и название образца в таблице (вода).

6.3.3.3 Нажать кнопку «Запуск» для выполнения анализа.

6.3.3.4 Провести десятикратное измерение массовой концентрации Ва на длине волны 455,403 нм, Си на длине волны 327,395 нм, Zn на длине волны 213,857 нм для режимов радиального и осевого обзора в воде 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Измеренные значения массовых концентраций бария, меди, цинка для осевого и радиального обзора отобразятся во вкладке программы «концентрация».

6.3.3.5 Операция по п. 6.3.3.4 будет автоматически повторяться столько раз, сколько задано в параметре «репликаты».

6.3.3.6 Рассчитать среднее значение массовой концентрации для каждого элемента, полученных в 6.3.3.4, по формуле (2).

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^{10} C_i}{n}, \quad (2)$$

где  $C_i$  – измеренное значение массовой концентрации элемента, мг/дм<sup>3</sup>;

$n$  – количество измерений.

6.3.3.7 Рассчитать стандартное квадратическое отклонение измеренных значений массовой концентрации каждого элемента по формуле (3).

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

где  $C_i$  – измеренное значение массовой концентрации элемента, мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{C}$  – среднее значение массовой концентрации элемента, мг/дм<sup>3</sup>;

$n$  – количество измерений.

6.3.3.8 Для исключения грубых погрешностей вычислить критерии Граббса  $G_1$  и  $G_2$  по формуле (4).

$$G_1 = \frac{|C_{\max} - \bar{C}|}{S}, \quad G_2 = \frac{|\bar{C} - C_{\min}|}{S}, \quad (4)$$

где  $C_{\max}$  и  $C_{\min}$  – наибольший и наименьший результат измерений массовой концентрации элемента, мг/дм<sup>3</sup>.

6.3.3.9 Провести сравнение  $G_1$  и  $G_2$  с критическим значением  $G_T$  критерия Граббса (для  $n = 10$  и уровне значимости свыше 1 %  $G_T = 2,482$ ). Если  $G_1 > G_T$ , то  $C_{\max}$  исключают как маловероятное значение. Если  $G_2 > G_T$ , то  $C_{\min}$  исключают как маловероятное значение.

6.3.3.10 Повторить 6.3.3.4-6.3.3.9 до тех пор, пока число измерений без маловероятных результатов не составит 10.



6.3.3.11 Пределы обнаружения массовой концентрации элементов вычисляют по формуле (6).

$$C_{np} = \bar{C} + k \cdot S, \quad (6)$$

где  $k$  – константа, при доверительной вероятности ( $P = 0,99$ )  $k = 3$ .

6.3.3.12 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если пределы обнаружения массовой концентрации элементов не превышают значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5 – Пределы обнаружения массовой концентрации элементов

Элемент	Режим VDV (Axial Mode) осевой обзор, мкг/дм <sup>3</sup>	Режим RV (Radial Mode) радиальный обзор, мкг/дм <sup>3</sup>
Ba	0,05	0,05
Cu	0,35	1,50
Zn	0,15	0,25

### 6.3.4 Определение пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации элементов при измерении массовой концентрации элементов 1,0 мг/л

6.3.4.1 Провести градуировку спектрометра по приготовленным контрольным растворам ионов элементов с концентрацией 0,1 и 5,0 мг/л путем измерения массовых концентраций элементов в растворах по 3 раза. Для этого на вкладке «Стандарты» задать количество 2 и концентрации образцов для выполнения градуировки 0,1 и 5,0 мг/л, приготовленные в соответствии с Б.7.1 и Б.7.3 приложения Б.

6.3.4.2 В колбу с соответствующим контрольным раствором ионов элементов поместить капилляр распылителя спектрометра.

6.3.4.3 Нажать кнопку «Запуск».

6.3.4.4 По построенной градуировочной зависимости провести десятикратное измерение массовой концентрации Zn на длине волн 213,857 нм, Ba на длине волны 614,171 нм, Cu на длине волны 327,395 нм используя в качестве пробы контрольный раствор ионов элементов с концентрацией 1,0 мг/л (раствор №2). Для этого в колбу с контрольным раствором ионов элементов №2 поместить капилляр распылителя спектрометра и нажать кнопку «Запуск».

6.3.4.5 По полученным результатам рассчитать среднее значение массовой концентрации каждого элемента по формуле (4).

6.3.4.6 Относительную погрешность измерения массовой концентрации элементов рассчитывают по формуле (7):

$$\Delta = \frac{C_0 - \bar{C}}{C_0} \cdot 100, \quad (7)$$

где  $C_0$  - значение массовой концентрации элементов контрольного раствора ионов элементов, мг/л.

6.3.4.7 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если значения пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации элементов при измерении массовой концентрации элементов 1,0 мг/л не превышают  $\pm 3\%$ .



## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом (Приложение А). Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела  
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Начальник сектора  
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Инженер 1 категории  
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.Н. Зябликова

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(Рекомендуемое)

к Методике поверки МП 038.Д4-20  
«ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-  
связанной плазмой ICP-OES Agilent  
модели 5800 и 5900. Методика поверки»

**ПРОТОКОЛ**  
**первичной / периодической поверки**  
от «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ года

Средство измерений: «Спектрометр эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой ICP-OES Agilent модели 5800 и 5900»

Наименование СИ, тип (если в состав СИ входят несколько автономных блоков)  
Заводской № \_\_\_\_\_ №/№ \_\_\_\_\_ Заводские номера блоков

№/№ \_\_\_\_\_

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

Поверено в соответствии с методикой поверки \_\_\_\_\_  
МП 038.Д4-20 «ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-связанной плазмой ICP-OES Agilent модели 5800 и 5900. Методика поверки», утверждённой ФГУП «ВНИИОФИ»  
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов: \_\_\_\_\_  
(наименование, заводской №, разряд, класс точности или погрешность)

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

Температура °С \_\_\_\_\_

Влажность % \_\_\_\_\_

Давление кПа \_\_\_\_\_  
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Внешний осмотр: \_\_\_\_\_

Опробование: \_\_\_\_\_

Версия ПО: \_\_\_\_\_

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

Проверка спектрального диапазона \_\_\_\_\_

Проверка спектрального разрешения \_\_\_\_\_

Определение пределов обнаружения массовой концентрации элементов \_\_\_\_\_

Определение допустимой относительной погрешности измерений массовой концентрации элементов \_\_\_\_\_

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

Исполнители \_\_\_\_\_  
Подписи, Ф.И.О., должность



ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
(Обязательное)

к Методике поверки МП 038.Д4-20  
«ГСИ. Спектрометры эмиссионные с индуктивно-  
связанной плазмой ICP-OES Agilent  
модели 5800 и 5900. Методика поверки»

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ ЭЛЕМЕНТОВ НА  
ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7770-2000, ГСО 7764-2000, ГСО 7760-2000

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления контрольных растворов ионов Ва, Сu, Zn на основе разбавления ГСО 7760-2000, ГСО 7764-2000, ГСО 7770-2000. Контрольные растворы ионов элементов предназначены для поверки Спектрометров эмиссионных с индуктивно-связанной плазмой ICP-OES Agilent модели 5800 и 5900.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности контрольных растворов ионов элементов оцениваются по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления контрольных растворов ионов элементов.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение контрольных растворов ионов элементов с абсолютной погрешностью не превышающих при доверительной вероятности  $P = 0,95$  доверительных интервалов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов  $\Delta_A$ , мг/л, при соблюдении всех регламентированных условий.

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74.

Б.3.2 1-канальный механический дозатор «ВИОНИТ» с варьируемым объемом дозирования от 0,1 до 1,0 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре  $(22 \pm 2)$  °С составляет от 2,0 до 0,6 %.

Б.3.3 1-канальный механический дозатор «ВИОНИТ» с варьируемым объемом дозирования от 0,01 до 0,1 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре  $(22 \pm 2)$  °С составляет от 3,0 до 0,8 %.

Б.3.4 1-канальный механический дозатор «ВИОНИТ» с варьируемым объемом дозирования от 0,002 до 0,02 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре  $(22 \pm 2)$  °С составляет от 3,0 до 0,9 %.

Б.3.5 Стандартный образец состава раствора ионов цинка ГСО 7770-2000.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов цинка от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности массовой концентрации ионов цинка  $\pm 1$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Б.3.6 Стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7764-2000.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов меди от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности массовой концентрации ионов меди  $\pm 1$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Б.3.7 Стандартный образец состава раствора ионов бария ГСО 7760-2000.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов бария от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности массовой концентрации ионов бария  $\pm 1$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Б.3.8 Вода 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005.

Б.4 Требования безопасности

Применение ГСО не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности.



## Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению контрольных растворов ионов элементов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

## Б.6 Условия приготовления контрольных растворов ионов элементов

Б.6.1 Приготовление контрольных растворов ионов элементов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С: от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %: от 10 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 96 до 104.

Б.6.2 Контрольные растворы ионов элементов готовятся и используются непосредственно в день проведения измерений (поверки).

## Б.7 Приготовление контрольных растворов ионов элементов

Вскрыть ампулы ГСО ионов цинка, меди, бария.

Б.7.1 Приготовить контрольный раствор ионов элементов с массовой концентрацией ионов элементов 0,1 мг/л.

Отобрать из каждой ампулы с ГСО дозатором по 0,005 мл раствора ГСО ионов бария, раствора ГСО ионов цинка, раствора ГСО ионов меди. Перенести в мерную колбу объемом 50 мл и довести до метки водой 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.2 Приготовить контрольный раствор ионов элементов с массовой концентрацией ионов элементов 1,0 мг/л.

Отобрать из каждой ампулы с ГСО дозатором по 0,05 мл раствора ГСО ионов бария, раствора ГСО ионов цинка, раствора ГСО ионов меди. Перенести в мерную колбу объемом 50 мл и довести до метки водой 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.3 Приготовить контрольный раствор ионов элементов с массовой концентрацией ионов элементов 5,0 мг/л.

Отобрать из каждой ампулы с ГСО дозатором по 0,25 мл раствора ГСО ионов бария, раствора ГСО ионов цинка, раствора ГСО ионов меди. Перенести в мерную колбу объемом 50 мл и довести до метки водой 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Приготовление контрольных растворов ионов элементов происходит непосредственно перед измерением.

## Б.8 Оценка метрологических характеристик контрольных растворов ионов элементов

Б.8.1 Пределы абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов  $\Delta_A$ , мг/л, в контрольных растворах ионов элементов, рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\Delta_A = (\delta \cdot X)/100 \quad \text{Б.1}$$

где  $X$  – массовая концентрация ионов элементов приготовленных контрольных растворов ионов элементов, мг/л;

$\delta$  – относительная погрешность приготовления контрольных растворов ионов элементов, %, рассчитываемая по формуле (Б.2):

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2} \quad \text{Б.2}$$

где  $\delta_1$  – относительная погрешность измерений объема мерной колбы, %, рассчитываемая по формуле (Б.3);

$\delta_2$  – относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального 1-канального механического дозатора, %, в соответствии с описанием типа;

$\delta_3$  – относительная погрешность массовой концентрации ионов элементов ГСО, %, в соответствии с описанием типа.

Б.8.2 Относительная погрешность измерений объема мерной колбы рассчитывается по формуле (Б.3):



$$\Delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{Б.3})$$

где  $\Delta V_k$  – абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74), мл;

$V_k$  - объем мерной колбы, мл.

#### Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных контрольных растворов ионов элементов приведены в таблице Б.1

Таблица Б.1 - Метрологических характеристик приготовленных контрольных растворов ионов элементов

Элементы	№ Раствора	Массовая концентрация ионов элементов, мг/л	Пределы абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов, мг/л
Ba, Cu, Zn	1	0,1	0,002
	2	1,0	0,018
	3	5,0	0,072