

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



К.В. Гоголинский

04 марта 2016 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ

240FS AA

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП-242-1993-2016

и.р. 64099-16

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


Л.А. Конопелько

Ст. научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург

2016

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометр атомно-абсорбционный 240FS, зав № МУ15040005 в комплекте с пламенным атомизатором (б/н), электротермическим атомизатором (зав.№МУ15050005) и гидридной приставкой (зав.№ МУ15060002) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. 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 первичной поверке	при периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2. Опробование	6.2	Да	Да
3. Проверка соответствия ПО	6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик	6.4	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 быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1	6.3	Государственные стандартные образцы состава растворов металлов: меди (ГСО 7998-93/8000-93), свинца (ГСО 7012-93/7014-93), цинка (ГСО 7837-2000) и ртути (ГСО 8004-93/8006-93).	Погрешность определения концентрации $\pm 1,0$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.
2	6.3	Вода для лабораторного анализа	ГОСТ Р 52501-2005
3	6.3	Колбы мерные типа 2-1000-2 Пипетки типа 6-2-1, 6-2-2, 6-2-5	ГОСТ 1770-74 ГОСТ 29227-91
4	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
5	4.1	Термогигрометр любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ.	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %. Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.

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 К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки.

Для снятия данных при поверке допускается участие операторов или сервис-инженеров, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|----------------------------|
| - температура окружающего воздуха | от 15 до 25 °С |
| - атмосферное давление | от 84 до 106,7 кПа |
| - относительная влажность воздуха | от 20 до 90 % |
| - напряжение питающей сети переменного тока | |
| - частотой 50±1 Гц | (220 ⁺²² -33) В |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовить спектрометр к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации.

5.2. Подготовить поверочные растворы из государственных стандартных образцов с концентрациями, указанными в п.п. 6.4.1, 6.4.2 в соответствии с Инструкцией по применению ГСО.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность спектрометра.

6.1.2. Должны быть установлены:

- а) исправность органов управления, настройки и коррекции;
- б) четкость надписей на панели спектрометра.

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

6.2. Опробование.

Опробование спектрометра заключается в его включении и загрузке программы для управления прибором.

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

6.3. Подтверждение соответствия ПО

6.3.1. Определение номера версии (идентификационного номера) автономного программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About SpectrAA», в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 1.

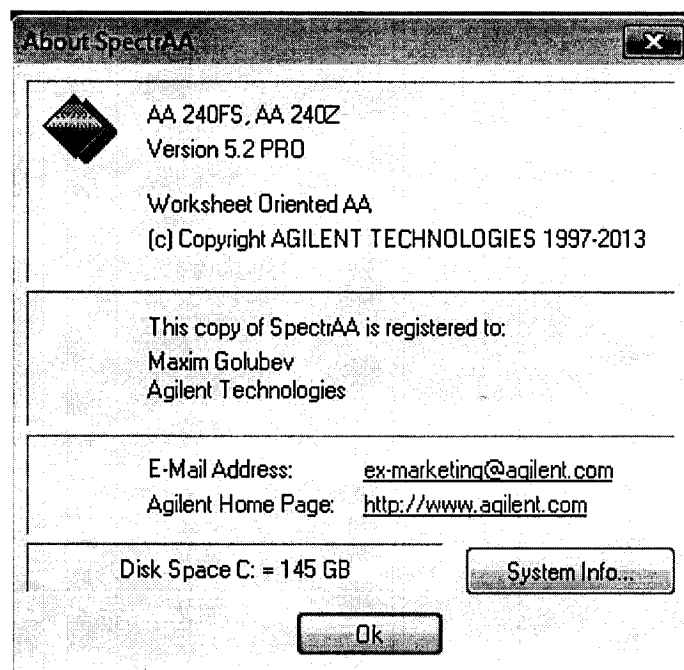


Рис.1 Окно с и идентификационными данными ПО.

6.3.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.1, если версия ПО не ниже 5.2 Pro.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение характеристической концентрации (чувствительности).

Характеристическая концентрация (C_{khar}) определяемого элемента вычисляется по формуле:

$$C_{khar} = \frac{0,0044 \times C}{D} \quad (1)$$

где: 0,0044 – оптическая плотность, соответствующая 1% поглощения (99 % пропускания);

C – массовая концентрация элемента в контрольном растворе (мкг/дм³);

D – оптическая плотность атомного пара пробы, Б.

Определение характеристических концентраций проводится для меди и цинка для пламенного атомизатора; меди и свинца для электротермического атомизатора и ртути для гидридной приставки.

При определении характеристических концентраций используются следующие аналитические линии: 324,7 нм (медь), 213,9 нм (цинк), 217,0 нм (свинец), 253,7 нм (ртуть). Ширину щели выбирают согласно рекомендациям технической документации изготовителя.

Для определения характеристической концентрации:

а) приготовить из государственных стандартных образцов¹ контрольные растворы со следующей массовой концентрацией элементов:

- для АА – спектрометра с пламенным атомизатором:

Cu - 1000 мкг/дм³

Zn - 500 мкг/дм³

- для АА – спектрометра с электротермическим атомизатором при объеме дозирования 20 мм³:

Cu - 2 мкг/дм³

¹ методом разбавления в дистиллированной воде (по объему).

Pb - 5 мкг/дм³

- для АА – спектрометра с гидридной приставкой:

Hg - 2 мкг/дм³

б) на поверяемом спектрометре провести измерение оптической плотности (D) контрольных растворов;

в) вычислить характеристические концентрации (для каждого элемента) по формуле (1).

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.1, если усредненное значение по трем измерениям характеристической концентрации не превышает:

- для спектрометра с пламенным атомизатором:

Cu - 200 мкг/дм³

Zn - 50 мкг/дм³

- для спектрометра с электротермическим атомизатором при объеме дозирования 20 мм³:

Cu - 0,45 мкг/дм³

Pb - 0,85 мкг/дм³

- для спектрометра с гидридной приставкой:

Hg - 0,3 мкг/дм³

6.4.2. Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

Из государственных стандартных образцов¹ готовятся контрольные растворы со следующей массовой концентрацией элементов:

- для спектрометра с пламенным атомизатором:

Cu - 1000 мкг/дм³

Zn - 500 мкг/дм³

- для спектрометра с электротермическим атомизатором при объеме дозирования 20 мм³:

Cu - 2 мкг/дм³

Pb - 5 мкг/дм³

- для спектрометра с гидридной приставкой:

Hg - 2 мкг/дм³

Провести 10 измерений оптической плотности (D) атомного пара каждого элемента на длинах волн, указанных в п.6.4.1.

По полученным данным для каждого элемента, применяя программное обеспечение спектрометра или электронные таблицы EXCEL, вычислить:

- СКО случайной составляющей погрешности (S_j) по формуле:

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (D_{ji} - D_{j,sr})^2}{N-1}} \quad (2)$$

где: j – индекс элемента (Cu, Zn, Pb или Hg);

D_{ij} – результат i -го измерения оптической плотности для j -го элемента;

$D_{j,sr}$ – среднее значение результатов измерения оптической плотности для j -го элемента;

N – число измерений.

Относительное СКО случайной составляющей погрешности, выраженное в %, рассчитывается по формуле:

$$S_{rj} = \frac{S_j}{D_{jsr}} \cdot 100 \quad (3)$$

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.4.2, если полученное значение S_{rj} не превышает:

- для спектрометра с пламенным атомизатором – 5,0 %;
- для спектрометра с электротермическим атомизатором – 8,0 %;
- для спектрометра с гидридной приставкой – 10,0 %.

6.4.3. Определение предела обнаружения.

Определение предела обнаружения для спектрометра с электротермическим или пламенным атомизатором проводится для одного элемента – меди (на длине волны 324,7 нм), для спектрометра с гидридной приставкой – ртути (на длине волны 253,7 нм).

Провести измерения оптической плотности атомного пара, образующегося при введении в атомизатор дистиллированной воды. Число измерений - 10. Объем дозирования для электротермического атомизатора 20 мм³.

Значение СКО результатов измерений оптической плотности рассчитывается по формуле:

$$S_{jw} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (D_i - D_{sr})^2}{N - 1}} \quad (4)$$

где: D_{sr} - среднее арифметическое значение результатов измерений оптической плотности,
 D_j - результаты i -того измерения.
 N - число измерений (не менее 10).

Предел обнаружения C_{min} определяется по формуле:

$$C_{min} = \frac{1}{0,0044} \cdot 3 \cdot S_{jw} C_{khar} \quad (5)$$

где: S_{jw} - значение СКО, рассчитанное по формуле 4, (в единицах оптической плотности);

C_{khar} - характеристическая концентрация определяемого элемента, мкг/дм³, рассчитанная по формуле (1).

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.3, если полученное значение C_{min} не превышает значений:

- для спектрометра с пламенным атомизатором – 25,0 мкг/дм³
- для спектрометра с электротермическим атомизатором при объеме дозирования 20 мм³ – 0,15 мкг/дм³
- для спектрометра с гидридной приставкой – 0,5 мкг/дм³.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки считаются положительными, если спектрометр удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки. При поверке заполняется протокол, форма которого приведена в приложении А.

7.2. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке по установленной форме. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра

7.3. Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие прибора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.4. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Спектрометр атомно-абсорбционный _____

Тип атомизатора _____

Принадлежит: _____ ИИН _____

Поверка проведена по методике поверки _____

Средства поверки _____

Условия проведения поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

3. Результаты определения метрологических характеристик:

3.1. Результаты определения характеристической концентрации

3.2. Результаты определения относительного СКО случайной составляющей погрешности

3.3. Результаты определения предела обнаружения.

Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)