


УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ» -





«10» июня 2015 г.

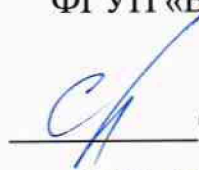
Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры атомно-абсорбционные
моделей «Квант-2мт», «Квант-2м1»**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 069.Д4-15**

н.р. 63558-16

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»



«10» июня 2015 г.

Москва
2015 г.

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на Спектрометры атомно-абсорбционные моделей «Квант-2мт», «Квант-2м1» (далее по тексту - спектрометры), предназначенные для измерений массовой концентрации металлов в растворах их солей в природных водах, в промышленных сточных водах, в растворах – минерализатах консистентных продуктов, технологических и прочих растворах по атомным спектрам поглощения и испускания с использованием пламенной атомизации, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Спектрометр может работать в следующих режимах:

- атомно-эмиссионный (АЭ);
- атомно-абсорбционный с непосредственным вводом пробы в пламя (АА);
- атомно-абсорбционный с генератором ртутно-гидридным (АА ГРГ);

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической и внеочередной поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование	7.2	Да	Да
Проверка идентификации программного обеспечения	7.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	7.4		
Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации и систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации в (АА) режиме	7.4.1	Да	Да*

Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации и систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации в (АА ГРГ) режиме	7.4.2	Да	Да*
Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации и систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации в (АЭ) режиме	7.4.3	Да	Да*
Определение дополнительной относительной погрешности измерений фонового ослабления	7.4.4	Да	Нет
* Выполняется, если это предусмотрено в заказе на проведение поверки (см. п. 2.3)			

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

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ 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
7.4.1	<p>1 Государственные стандартные образцы состава раствора ионов меди (ГСО 7764-2000), алюминия (ГСО 7758-2000), бария (ГСО 7760-2000), бериллия (ГСО 7759-2000), висмута (ГСО 8463-2003), железа (7110-94), золота (ГСО 8429-2003), кадмия (ГСО 7773-2000), калия (ГСО 7771-2000), кальция (ГСО 7772-2000), кобальта (ГСО 7784-2000), лития (ГСО 7780-2000), магния (ГСО 7767-2000), марганца (ГСО 7762-2000), молибдена (ГСО 7768-2000), натрия (ГСО 7775-2000), никеля (ГСО 7265-96), олова (ГСО 7776-2000), палладия (ГСО 8432-2003), платины (ГСО 8431-2003), родия (ГСО 8793-2006), рутения (ГСО 8856-2007), свинца (ГСО 7778-2000), серебра (ГСО 8204-2002), стронция (ГСО 7783-2000), титана (ГСО 8464-2003), хрома (ГСО 7781-2000), цинка (ГСО 7837-2000), сурьмы (ГСО 8402-2003).</p> <p>Основные метрологические характеристики: Массовая концентрация ионов: - медь, алюминий, барий, висмут, золото, кадмий, калий, кальций, кобальт, литий, магний, марганец, натрий, никель, олово, платина, свинец, серебро, стронций, титан, хром, цинк, сурьма – 1 мг/см³, - бериллий, молибден – 0,1 мг/см³, - палладий, родий - 1 г/дм³, - рутений – 1 г/кг, - железо – 100 мг/дм³</p> <p>Погрешность определения концентрации элемента не более 1 % при доверительной вероятности p=0,95.</p> <p>2 Межгосударственный стандартный образец состава раствора ионов теллура (МСО 0529-2003).</p> <p>Основные метрологические характеристики: Массовая концентрация ионов: теллур - 1 мг/см³</p> <p>Погрешность определения концентрации элемента не более 1 % при доверительной вероятности p=0,95.</p>
7.4.2	<p>Государственные стандартные образцы состава растворов ионов мышьяка (ГСО 7976-2001), ртути (ГСО 7343-96), селена (ГСО 7779-2000), сурьмы (ГСО 8402-2003).</p> <p>Основные метрологические характеристики: Массовая концентрация ионов: ртуть, селен, сурьма – 1 мг/см³, мышьяк – 0,1 г/дм³</p> <p>Погрешность определения концентрации элемента не более 1 % при доверительной вероятности p=0,95.</p>

7.4.3	<p>1 Государственные стандартные образцы состава раствора ионов калия (ГСО 7771-2000), лития (ГСО 7780-2000), натрия (ГСО 7775-2000). Основные метрологические характеристики: Массовая концентрация ионов: калий, литий, натрий – 1 мг/см³ Погрешность определения концентрации элемента не более 1 % при доверительной вероятности $p=0,95$.</p> <p>2 Межгосударственный стандартный образец состава раствора ионов рубидия (МСО 1058:2004). Основные метрологические характеристики: Массовая концентрация ионов: рубидий - 1 мг/см³ Погрешность определения концентрации элемента не более 1 % при доверительной вероятности $p=0,95$.</p>
7.4.4	<p>Государственный стандартный образец состава раствора ионов кадмия (ГСО 7773-2000). Основные метрологические характеристики: Массовая концентрация ионов кадмия – 1 мг/см³ Погрешность определения концентрации элемента не более 1 % при доверительной вероятности $p=0,95$.</p>
7.4.1 - 7.4.4	Посуда мерная по ГОСТ 29227-91, 1770-74. Класс точности 2

2.2 При первичной поверке в обязательном порядке выполняются операции с растворами элементов, выделенных в таблице 2 жирным шрифтом. Операции с растворами остальных элементов, указанных в таблице 2, выполняются только при наличии этих элементов в заказе на проведение первичной поверки.

2.3 При периодической или внеочередной поверке операции поверки могут выполняться по растворам любых элементов, указанных в таблице 2 для соответствующего режима анализа. Выбор конкретных элементов и режимов анализа определяется заказом на проведение поверки; при этом определение СКО и систематической составляющей погрешности для меди в АА режиме является обязательным.

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

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа 84 - 107
- напряжение питания переменного тока, В 220 ± 22
- при частоте, Гц 50 ± 1

3.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля, но также должны быть исключены факторы появления пыли, сквозняков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

3.3 Зоны для подготовки проб и хранения материалов должны располагаться в отдельном помещении.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Помещение, в котором устанавливается спектрометр, должно иметь площадь не менее 10 м², объём не менее 30 м³ и приточно – вытяжную вентиляцию. Над горелкой должен быть установлен вытяжной зонт с принудительной вытяжной вентиляцией с регулируемым расходом воздуха от 5 до 10 м³/мин. Помещение должно также соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.2 По способу защиты от поражения электрическим током спектрометры относятся к классу 01 по ГОСТ 12.2.007.0-75.

4.3 Эксплуатация спектрометра должна производиться в соответствии с требованиями “Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей”, и “Правил техники безопасности при эксплуатации установок потребителей”, утверждённых ГОСЭНЕРГОНАДЗОРОМ, и ГОСТ Р 12.1.019-2009.

4.4 Баллоны со сжатыми газами должны быть установлены в отдельном нерабочем помещении или за пределами здания в закрытых металлических шкафах с соблюдением «Правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» ТР ТС 032/2013.

4.5 Подготовку к выполнению анализов следует проводить с соблюдением требований техники безопасности при работе с химическими реагентами, относящимися к третьему классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 К проведению испытаний допускают лиц, изучивших настоящую программу, руководства по эксплуатации спектрометров и испытательного оборудования, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки должны быть приготовлены контрольные растворы элементов, по которым производится поверка согласно методике, приведённой в Приложении А.

6.2 Подготовку, включение и прогрев спектрометра при поверке производят в соответствии с его Руководством по эксплуатации ГКНЖ.91.000.000 РЭ.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Внешним осмотром спектрометра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрометра;
- соответствие комплектности спектрометра требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

7.1.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

7.2 Опробование

7.2.1 Подготовить спектрометр к проведению измерений в режиме абсорбции.

7.2.2 Установить трехщелевую горелку «пропан» и подключить спектральную лампу для измерения концентрации меди.

7.2.3 В компьютерной программе войти в окно “Графический экран”. Ввести в распылитель раствор меди концентрацией 1 мг/дм³ и определить по экрану значение оптической плотности.

7.2.4 Спектрометры считаются прошедшими опробование, если полученное значение оптической плотности составляет не менее 0,15 Б.

7.3 Проверка идентификации программного обеспечения

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

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	КВАНТ-3
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 3.1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

7.3.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

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

7.4 Определение метрологических характеристик

7.4.1 **Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерения концентрации и систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации в (АА) режиме**

7.4.1.1 Произвести проверку настройки спектрометра для работы в (АА) режиме для измерения концентрации того элемента, по которому будет производиться поверка.

Для этого:

- Проверить установку горелки, соответствующей выбранному методу анализа и типу пламени

- Визуально проверить подключение вентиля воздушной магистрали, воздушного баллона, или компрессора. Визуально проверить подключение баллона с горючим газом, соответствующим рекомендованному типу пламени.

- Включить компьютер и дождаться загрузки ОС Windows.

- Проверить подключение необходимых спектральных ламп

Длину волны и тип пламени установить в соответствии с рекомендациями таблицы 4. Если длина волны резонансной линии менее 380 нм, то измерения следует выполнять с дейтериевым корректором. В противном случае корректор должен быть выключен.

Таблица 4

Химический элемент	Длина волны, нм	Тип пламени
Au	242,8	воздух / ацетилен, или воздух / пропан – – бутановая смесь
Ag	328,1	
Cu	324,8	
Cd	228,8	
Co	240,7	
K	766,5	
Li	670,8	
Na	589,0	
Pb	217,0	
Zn	213,9	
Bi	223,1	воздух / ацетилен
Cr	357,9	
Fe	248,3	
Ca	422,7	
Mg	285,2	
Mn	279,5	
Ni	232,0	
Pd	247,6	
Pt	265,9	
Rh	343,5	
Ru	349,9	
Sn	235,5	
Sr	460,7	
Sb	217,6	
Te	214,3	
Al	309,3	Ацетилен / закись азота
Ba	553,6	
Be	234,9	
Ti	364,3	
Mo	313,3	

7.4.1.2 Выполнить процедуру создания калибровки:

- Для создания калибровки необходимо приготовить серию растворов с известной концентрацией анализируемого элемента (стандартные растворы). В их числе может использоваться раствор, не содержащий анализируемого элемента (нулевой раствор). Для построения калибровки как правило, используется 5 растворов.

- Нажать кнопку «Методики» панели инструментов, выбрать методику далее кнопку «Создание калибровки». Появится окно создания калибровки рис.1. Ввести значения концентраций растворов для построения калибровочной кривой. Выбрать режим проведения измерений (Количество измерений на обнуление – 1).

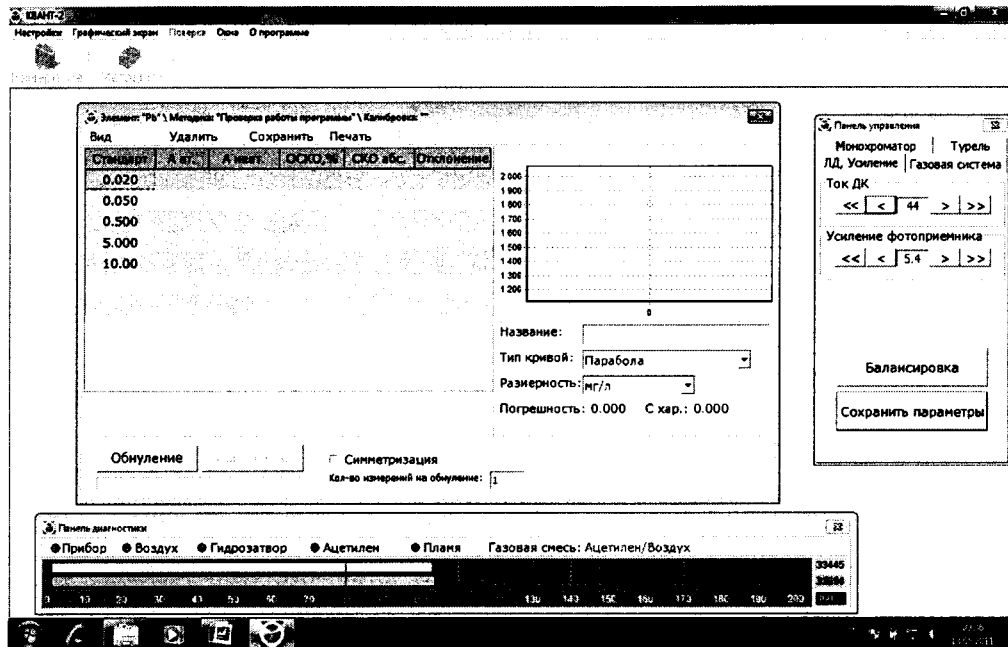


Рис. 1. Окно создания калибровки

- Провести измерения аналитического сигнала для калибровочных растворов. Для каждого из растворов рекомендуется проводить от 2 до 5 параллельных определений (замеров); анализировать калибровочные растворы следует в порядке возрастания их концентрации рис. 2. Каждый из параллельных замеров состоит из двух процедур – обнуления и измерения. Для проведения процедуры обнуления необходимо опустить капилляр в фоновый раствор и нажать кнопку «Обнуление». Для проведения процедуры измерения ввести капилляр в калибровочный стандарт, концентрация которого выделена в таблице окна «Создание калибровки». Нажать кнопку «Измерение», либо нажать на клавиатуре компьютера клавишу «Enter» или «Пробел».

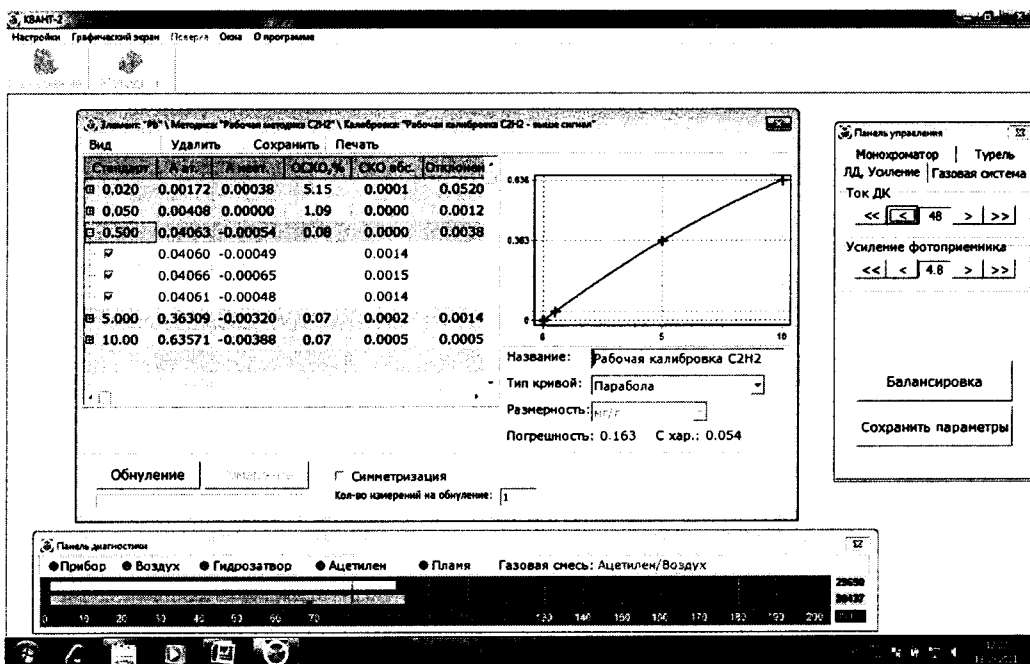


Рис. 2. Построение калибровочной кривой

7.4.1.3 Провести в режиме “Уточнение калибровки” измерение концентрации контрольного раствора № 4, используя среднее по трем параллельным определениям (таблица 5). При этом обнуление выполнять по фоновому раствору, с помощью которого был приготовлен контрольный раствор № 4 данного элемента (Приложение А).

7.4.1.4 Ввести в компьютер команду на запоминание полученной калибровки.

7.4.1.5 Ввести в распылитель спектрометра контрольный раствор с наименьшей концентрацией (раствор № 1, таблица 5), выполнить измерение относительно сигнала соответствующего фонового раствора (Приложение А).

Таблица 5

Химический элемент	Порядковый номер контрольных растворов	Массовая концентрация контрольных растворов, мг/дм ³
Бериллий Кадмий Калий Литий Магний Марганец Натрий Цинк	1	0,005
	2	0,01
	3	0,05
	4	0,2
	5	0,5
Медь Серебро	1	0,005
	2	0,01
	3	0,1
	4	1,0
	5	5,0
Железо Кобальт Никель Палладий Хром	1	0,05
	2	0,1
	3	0,5
	4	1,0
	5	2,0
Золото Родий Рутений Свинец Стронций	1	0,02
	2	0,05
	3	0,5
	4	5,0
	5	10,0
Барий Молибден	1	0,1
	2	0,2
	3	1,0
	4	5,0
	5	20,0
Алюминий	1	0,1
	2	0,2
	3	2,0
	4	10,0
	5	50,0
Титан	1	0,5
	2	1,0
	3	5,0
	4	20,0
	5	100,0
Висмут Кальций	1	0,05
	2	0,1
	3	0,5
	4	2,0
	5	10,0

Платина	1	2,0
	2	5,0
	3	10,0
	4	20,0
	5	50,0
Теллур Сурьма	1	0,1
	2	0,2
	3	0,5
	4	2,0
	5	5,0

7.4.1.6 Повторить измерения по п. 7.4.1.5 десять раз. Выполнить аналогичные процедуры измерений с контрольными растворами № 2 и № 5 на данный элемент.

7.4.1.7 Относительное СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации вычисляются компьютерной программой автоматически после измерений концентрации каждого контрольного раствора по формуле (1):

$$S = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}}{3\bar{C}} \cdot 100\% \quad (1)$$

где S – относительное СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации, %;

C_i – результат i -го измерения концентрации, мг /дм³;

\bar{C} – среднее арифметическое результатов измерений концентрации контрольных растворов, мг /дм³, рассчитываемое по формуле (2):

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^{10} C_i}{10}, \text{ мг /дм}^3 \quad (2)$$

7.4.1.8 Систематическая составляющая относительной погрешности измерения концентрации определяется по формуле (3):

$$\delta_c = \frac{|C_{\text{ном.}} - \bar{C}|}{C_{\text{ном.}}} \cdot 100\% \quad (3)$$

где $C_{\text{ном.}}$ – номинальное значение концентрации контрольного раствора;

\bar{C} – среднее арифметическое результатов измерений концентрации.

7.4.1.9 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения не превышают предельных значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6

Химический элемент	Концентрация, мг/дм ³	Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации, %	Пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации, %
Бериллий			
Кадмий	0,005	20	± 30
Калий	0,01	10	± 15
Литий	0,05	5	± 7
Магний	0,2	2	± 4
Марганец	0,5	2	± 4
Натрий			
Цинк			
	0,005	20	± 30
Медь	0,01	10	± 15
Серебро	0,1	4	± 7
	1,0	2	± 3
	5,0	2	± 4
Железо	0,05	20	± 30
Кобальт	0,1	10	± 15
Никель	0,5	5	± 8
Палладий	1,0	2	± 4
Хром	2,0	2	± 4
Золото	0,02	20	± 30
Родий	0,05	10	± 15
Рутений	0,5	5	± 8
Свинец	5,0	2	± 4
Стронций	10,0	2	± 4
	0,1	20	± 30
Барий	0,2	10	± 15
Молибден	1,0	5	± 8
	5,0	2	± 4
	20,0	2	± 4
	0,1	20	± 30
Алюминий	0,2	10	± 15
	2,0	5	± 8
	10,0	2	± 4
	50,0	2	± 4
	0,5	20	± 30
Титан	1,0	10	± 15
	5,0	5	± 8
	20,0	2	± 4
	100,0	2	± 4
	2,0	20	± 30
Олово	5,0	10	± 15
	20,0	5	± 8
	50,0	3	± 4
	200,0	3	± 4
Висмут	0,05	20	± 30
Кальций	0,1	10	± 15

	0,5	5	± 8
	2,0	3	± 4
	10,0	3	± 4
Платина	2,0	20	± 30
	5,0	10	± 15
	10,0	5	± 8
	20,0	3	± 4
	50,0	3	± 4
Теллур Сурьма	0,1	20	± 30
	0,2	10	± 15
	0,5	5	± 8
	2,0	3	± 4
	5,0	3	± 4

7.4.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации и систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации в (АА ГРГ) режиме

7.4.2.1 Визуально оценить готовность к работе спектрометра для измерений концентрации соответствующего элемента в (АА ГРГ) режиме. Установить спектральную лампу в ламповую турель. Загрузить ПО, включить спектрометр.

Рабочую длину волны и способ атомизации выбирать в соответствии с требованиями таблицы 7.

Таблица 7

Химический элемент	Длина волны, нм	Способ атомизации
Мышьяк	193,7	воздух/ацетилен или воздух/
Селен	196,0	/пропан-бутановая смесь
Ртуть	253,7	беспламенный метод

7.4.2.2 Выполнить калибровку прибора на выбранный элемент, затем используя в качестве стандарта контрольный раствор № 4 (таблица 8) провести уточнение калибровки по результатам трёх параллельных определений.

Таблица 8

Химический элемент	Порядковый номер контрольных растворов	Массовая концентрация контрольных растворов, мг/дм ³
Ртуть	1	0,0002
	2	0,0005
	3	0,002
	4	0,005
	5	0,010
Селен Мышьяк	1	0,001
	2	0,002
	3	0,004
	4	0,008
	5	0,010

7.4.2.3 Провести процедуру очистки ГРГ, используя фоновый раствор (Приложение А), и затем выполнить измерения всех контрольных растворов по десять раз, начиная с раствора, имеющего наименьшую заданную концентрацию.

7.4.2.4 Относительное СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации контрольных растворов рассчитывается автоматически по алгоритму, описанному в п. 7.4.1.7.

7.4.2.5 Расчет систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации проводится по формуле 3.

7.4.2.6 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения не превышают предельных значений, указанных в таблице 9.

Таблица 9

Химический элемент	Концентрация, мг/дм ³	Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации, %	Пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации, %
Ртуть	0,0002	20	± 30
	0,0005	10	± 15
	0,002	6	± 10
	0,005	6	± 10
	0,010	6	± 10
Селен Мышьяк	0,001	20	± 30
	0,002	10	± 15
	0,004	7	± 10
	0,008	5	± 10
	0,010	5	± 10

7.4.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации и систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации в (АЭ) режиме

7.4.3.1 Проверить готовность прибора к работе для измерения концентрации соответствующего элемента в (АЭ) режиме.

Рабочую длину волны и тип пламени установить в соответствии с рекомендациями таблицы 10.

Таблица 10

Химический элемент	Длина волны, нм	Тип пламени
Калий	766,5	воздух/ацетилен или воздух/пропан-бутановая смесь
Литий	670,8	
Натрий	589,0	
Рубидий	780,0	

7.4.3.2 Ввести в распылитель спектрометра контрольный раствор № 5 (таблица 11), выполнить подстройку монохроматора на резонансную линию выбранного элемента.

7.4.3.3 Выполнить калибровку прибора на выбранный элемент, провести процедуру уточнения калибровки по контрольному раствору № 4 (таблица 11) и соответствующему фоновому раствору.

Таблица 11

Химический элемент	Порядковый номер контрольных растворов	Массовая концентрация контрольных растворов, мг/дм ³
Натрий Литий	1	0,005
	2	0,01
	3	0,05
	4	0,5
	5	2,0
Калий	1	0,01
	2	0,05
	3	0,2
	4	0,5
	5	2,0
Рубидий	1	0,02
	2	0,05
	3	0,5
	4	2,0
	5	5,0

7.4.3.4 Выполнить измерения всех контрольных растворов, начиная с раствора с наименьшей концентрацией (раствор № 1, таблица 11). Для каждого контрольного раствора провести по 10 измерений.

7.4.3.5 Относительное СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации контрольных растворов рассчитывается автоматически по алгоритму, описанному в п. 7.4.1.7.

7.4.3.6 Расчёт систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации проводится по формуле 3.

7.4.3.7 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения не превышают предельных значений, указанных в таблице 12.

Таблица 12

Химический элемент	Концентрация, мг/дм ³	Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерения концентрации, %	Пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации, %
Натрий Литий	0,005	20	± 30
	0,01	10	± 15
	0,05	5	± 7
	0,5	2	± 3
	2,0	2	± 3
Калий	0,01	20	± 30
	0,05	7	± 10
	0,2	5	± 7
	0,5	2	± 3
	2,0	2	± 3

Рубидий	0,02	20	± 30
	0,05	10	± 15
	0,5	5	± 8
	2,0	2	± 4
	5,0	2	± 4

7.4.4 Определение дополнительной относительной погрешности измерений фонового ослабления

7.4.4.1 Дополнительную относительную погрешность измерений фонового ослабления (т.е. поглощения и рассеяния) проверять путём измерения оптической плотности на длине волны 228,8 нм (излучение Cd) в пламени, в котором фоновое (неселективное) поглощение происходит на молекулах хлористого кальция.

7.4.4.2 Проверить настройку прибора для измерения на длине волны кадмия (228,8 нм) в режиме атомной абсорбции (АА).

7.4.4.3 В компьютерной программе выбрать режим выполнения новой калибровки. Провести построение калибровки (См. Руководство пользователя программного обеспечения (диск)) с использованием стандартного раствора Cd концентрация 0,05 мг/л фоновый раствор №3 (Приложение А).

7.4.4.4 Ввести в распылитель спектрометра 0,1 М раствор хлористого кальция, (фоновый раствор № 6), приготовленный согласно “Методике приготовления контрольных растворов” (Приложение А).

7.4.4.5 Провести серию из 10 измерений оптической плотности, в каждом измерении фиксируют оптическую плотность атомного поглощения $D_{i \text{ атом.}}$ и неатомного поглощения $D_{i \text{ неатом.}}$.

7.4.4.6 Значение дополнительной относительной погрешности измерений фонового ослабления рассчитывается по формуле (4):

$$Q = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{10} D_{i \text{ атом.}}}{\sum_{i=1}^{10} D_{i \text{ неатом.}}} \quad (4),$$

7.4.4.7 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по дополнительной относительной погрешности измерений фонового ослабления, если полученное значение погрешности Q не превышает ± 4 %.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 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. 7.4.1 - 7.4.4 фактических значений метрологических характеристик спектрометров (заносятся в протокол см. приложение Б) 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.

8.2 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.

Начальник отдела

ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

Я.И. Ермакова

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

П.С. Мальцев

ПРИЛОЖЕНИЕ А
к Методике поверки
Спектрометры атомно–абсорбционные «Квант-2мт», (Квант-2м1)»

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ КОНТРОЛЬНЫХ
РАСТВОРОВ ДЛЯ ПРОВЕРКИ ПАРАМЕТРОВ СПЕКТРОМЕТРА**

А.1 Оборудование, посуда и реактивы, используемые при приготовлении основных и контрольных растворов:

А.1.1	Весы лабораторные, 2-ой класс точности	ГОСТ Р 53228-2008
А.1.2	Меры массы (гири), 2-ой класс точности	ГОСТ OIML R 111-1-2009
А.1.3	Колбы мерные наливные	ГОСТ 1770-74
А.1.4	Пипетки мерные	ГОСТ 29227-91;
А.1.5	Стаканы	ГОСТ 25336-82;
А.1.6	Стакан термостойкий В – 1 – 500 ТС	ГОСТ 25336-82.
А.1.7	Стаканчики для взвешивания, СВ	ГОСТ 25336-82.
А.1.8	Кислота азотная, ХЧ, $d = 1,42 \text{ г/см}^3$	ГОСТ 4461-77.
А.1.9	Кислота соляная, ХЧ, $d = 1,19 \text{ г/см}^3$	ГОСТ 3118-77.
А.1.10	Ацетат аммония, ЧДА	ГОСТ 3117-78.
А.1.11	Кислота уксусная ЧДА	ГОСТ 61-75.
А.1.12	Калий хлористый, ХЧ	ГОСТ 4568-95.
А.1.13	Кальций хлористый: безводный, о.с.ч.	ТУ–6–09–3834.
А.1.14	Калий двухромовокислый, х.ч.	ГОСТ 4220–75.
А.1.15	Натрий хлористый, ХЧ, для спектрального анализа.	
А.1.16	Фильтры обеззоленные “Синяя лента”.	
А.1.17	Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72, или бидистиллированная.	
А.1.18	Синтетическое моющее средство для мытья лабораторной посуды (2 г СМС растворяется в 1 дм ³ воды).	
А.1.19	Стандартные образцы состава раствора ионов металла с массовой концентрацией:	

Алюминий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7758-2000;
Барий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7760;
Бериллий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7759;
Висмут	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8463;
Железо	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7110;
Золото	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8429
Кадмий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7773;
Калий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7771;
Кальций	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7772;
Кобальт	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7784;
Литий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7780;
Магний	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7767
Марганец	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7762;
Медь	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7764-2000;
Молибден	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7768;
Мышьяк	– 100 мг/дм ³	ГСО 7976-2001;
Натрий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7775;
Никель	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7785;
Олово	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7776;
Палладий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8432;

Платина	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8431;
Родий	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8793;
Ртуть	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7879-2001;
Рубидий	– 1000 мг/дм ³	МСО 1058:2004;
Рутений	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8856;
Свинец	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7778-2000;
Селен	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7779;
Серебро	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8204;
Стронций	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7783;
Сурьма	– 1000 мг/дм ³	ГСО 8402;
Теллур	– 1000 мг/дм ³	МСО 0529;
Титан	– 2000 мг/дм ³	ГСО 8464;
Хром	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7781;
Цинк	– 1000 мг/дм ³	ГСО 7769.

Границы относительной погрешности концентрации в указанных выше стандартных образцах состава раствора ионов металла составляют 1 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается применение стандартных образцов состава с другими значениями массовой концентрации ионов металлов при условии обеспечения погрешностей концентрации в полученных контрольных растворах не более указанных в настоящей методике.

А.1.20 При использовании растворов стандартных образцов следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88 и ГОСТ 12.1.007-76. Отходы, которые могут оказать вредное действие на работающих и окружающую среду (**мышьяк!**) должны быть обезврежены.

А.2 Подготовка посуды

А.2.1 Новую или загрязненную посуду промыть раствором СМС (п. А 1.18), затем водопроводной водой, после этого прополоскать дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду промыть азотной кислотой концентрацией 1 моль/дм³ (65 см³ азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и довести до метки дистиллированной водой).

А.2.2 Новую посуду, предназначенную для хранения растворов с концентрацией ионов металлов менее 1 мг/дм³ промыть согласно п. А.2.1, заполнить раствором, подлежащим хранению, выдержать не менее 8 часов, слить раствор и ополоснуть 10 дм³ дистиллированной воды.

А.3 Приготовление фоновых растворов

А.3.1 Приготовление 2 М раствора азотной кислоты (фоновый раствор № 1)
128 см³ азотной кислоты (п. А.1.8) поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.2 Приготовление 1М раствора азотной кислоты (фоновый раствор № 2)
65 см³ азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать

А.3.3 Приготовление 0,1 М раствора азотной кислоты (фоновый раствор № 3)
6,5 см³ азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.4 Приготовление ацетат – аммонийного буферного раствора (фоновый раствор № 4)

15,4 г ацетата аммония (п. А.1.10) поместить в стакан, растворить в 200 см³ дистиллированной воды, добавить 4 см³ уксусной кислоты, перемешать и отфильтровать через фильтр “Синяя лента” в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Раствор в колбе довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.5 Приготовление 0,01 М раствора хлористого калия (фоновый раствор № 5)

0,75 г хлористого калия (п. А.1.12) поместить в стакан, растворить в 200 см³ дистиллированной воды, добавить 6,5 см³ азотной кислоты (п. А.1.8), перемешать. Раствор перелить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.6 Приготовление 0,1М раствора хлористого кальция – аттестованной смеси (фоновый раствор № 6)

5,5г безводного хлористого кальция (п. А.1.13) поместить в стакан, растворить в 200 см³ дистиллированной воды, поместить в мерную колбу вместимостью 500 см³, перемешать.

А.3.7 Приготовление 6 М раствора соляной кислоты (фоновый раствор № 7)

486 см³ соляной кислоты (п. А.1.9) поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.8 Приготовление 1М раствора соляной кислоты (фоновый раствор № 8)

81 см³ соляной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.9 Приготовление раствора двуххромовокислого калия (фоновый раствор № 9)

4 г двуххромовокислого калия K₂Cr₂O₇ (А.1.14) растворить в 40-50 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, затем довести объём раствора до метки дистиллированной водой.

Отобрать 50 см³ концентрированной азотной кислоты (п. А.1.8) и 5 см³ полученного раствора двуххромовокислого калия, перенести в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.3.10 Приготовление 0,01 М раствора хлористого натрия (фоновый раствор № 10)

0,58 г хлористого натрия (п. А.1.15) поместить в стакан, растворить в 200 см³ дистиллированной воды, добавить 6,5 см³ азотной кислоты (п. А.1.8), перемешать. Раствор перелить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.4 Приготовление контрольных растворов

Контрольные растворы для работы в АА, АА ГРГ и АЭ режимах приготавливать в соответствии с указаниями таблицы А.1.

В таблицах А.1 и А.2 приняты следующие обозначения:

$C_{\text{пригот.}}$ – концентрация элемента в приготавливаемом контрольном растворе;

$C_{\text{исх.}}$ – концентрация элемента в исходном растворе, используемом для приготовления.

Вносимый объём – объём исходного раствора, вносимый с помощью пипетки в мерную колбу.

№ фона – номер фонового раствора, используемого для разбавления и доведения до метки в мерной колбе (см. п. А3).

Погрешн. – граничное значение относительной погрешности концентрации элемента в контрольном растворе при доверительной вероятности 0,95.

Концентрации элементов, соответствующие ГСО, выделены в таблицах жирным шрифтом.

Таблица А.1

Элемент	$C_{\text{пригот.}}$ мг/дм ³	$C_{\text{исх.}}$ МГ /дм ³	Вносимый объем, см ³	№ фона	Объем доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешн. %
Ag	50	1000	5	1;см.прим.2	100	3 месяца	2
Ag	5	50	10	2	100	10 дней	2
Ag	1	50	2	2	100	10 дней	2
Ag	0,1	1	10	2	100	1 день	2
Ag	0,01	1	1	2	100	1 день	3
Ag	0,005	1	1	2	200	1 день	3
Al	50	1000	5	5	100	3 месяца	2
Al	10	50	20	5	100	10 дней	2
Al	2	10	20	5	100	10 дней	2
Al	0,2	2	10	5	100	1 день	3
Al	0,1	2	5	5	100	1 день	3
As	10	100	5	1	50	3 месяца	2
As	1	10	10	1	100	10 дней	2
As	0,01	1	2	1	200	1 день	2
As	0,008	1	2	1	250	1 день	2
As	0,004	1	1	1	250	1 день	3
As	0,002	0,01	20	1	100	1 день	3
As	0,001	0,01	10	1	100	1 день	3
Au	100	1000	5	8;см.прим.2	50	3 месяца	2
Au	10	100	10	8	100	10 дней	2
Au	5	100	5	8	100	10 дней	2
Au	0,5	5	10	8	100	1 день	2
Au	0,05	5	1	8	100	1 день	3
Au	0,02	0,5	10	8	250	1 день	3
Ba	20	1000	5	5	250	3 месяца	2
Ba	5	20	50	5	200	10 дней	2
Ba	1	20	10	5	200	10 дней	2
Ba	0,2	5	10	5	250	1 день	2
Ba	0,1	1	10	5	100	1 день	3
Be	20	1000	5	1	250	3 месяца	2
Be	0,5	20	5	3	200	10 дней	2
Be	0,2	20	2	3	200	10 дней	2
Be	0,05	0,5	10	3	100	1 день	2
Be	0,01	0,5	2	3	100	1 день	3
Be	0,005	0,5	2	3	200	1 день	3
Bi	50	1000	5	1	100	3 месяца	2
Bi	10	50	20	2	100	10 дней	2
Bi	2	10	20	2	100	10 дней	2
Bi	0,5	10	5	2	100	1 день	2
Bi	0,1	2	5	2	100	1 день	3
Bi	0,05	0,5	10	2	100	1 день	3

Продолжение таблицы А.1

Элемент	$C_{\text{пригот.}}$ мг/дм ³	$C_{\text{исх.}}$ мг/дм ³	Вносимый объём, см ³	№ фона	Объём доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешн. %
Cd	20	1000	5	1	250	3 месяца	2
Cd	0,5	20	5	3	200	10 дней	2
Cd	0,2	20	2	3	200	10 дней	2
Cd	0,05	0,5	10	3	100	1 день	2
Cd	0,01	0,5	2	3	100	1 день	3
Cd	0,005	0,5	2	3	200	1 день	3
Co	50	1000	5	1	100	3 месяца	2
Co	2	50	10	3	250	10 дней	2
Co	1	50	2	3	100	10 дней	2
Co	0,5	50	2	3	200	10 дней	2
Co	0,1	2	5	3	100	1 день	3
Co	0,05	1	10	3	200	1 день	3
Cr	50	1000	5	1	100	3 месяца	2
Cr	2	50	10	3	250	10 дней	2
Cr	1	50	2	3	100	10 дней	2
Cr	0,5	50	1	3	100	10 дней	2
Cr	0,1	2	5	3	100	1 день	3
Cr	0,05	1	10	3	200	1 день	3
Cu	50	1000	5	1	100	3 месяца	2
Cu	5	50	10	3	100	10 дней	2
Cu	1	50	2	3	100	10 дней	2
Cu	0,1	1	10	3	100	1 день	2
Cu	0,01	1	1	3	100	1 день	3
Cu	0,005	1	1	3	200	1 день	3
Fe	50	1000	5	1	100	3 месяца	2
Fe	2	50	10	2	250	10 дней	2
Fe	1	50	2	2	100	1 день	2
Fe	0,5	50	2	2	200	1 день	2
Fe	0,1	2	5	2	100	1 день	3
Fe	0,05	1	10	2	200	1 день	3
Ca	50	1000	5	5	100	3 месяца	2
Ca	10	50	20	5	100	10 дней	2
Ca	2	10	20	5	100	10 дней	2
Ca	0,5	10	5	5	100	1 день	3
Ca	0,1	2	5	5	100	1 день	3
Ca	0,05	0,5	10	5	100	1 день	3
Hg	20	1000	5	9	250	3 месяца	2
Hg	1	20	5	9	100	10 дней	2
Hg	0,01	1	2	9	200	1 день	2
Hg	0,005	1	1	9	200	1 день	2
Hg	0,002	0,01	20	9	100	1 день	3
Hg	0,0005	0,01	10	9	200	1 день	3
Hg	0,0002	0,01	5	9	250	1 день	3

Продолжение таблицы А.1

Элемент	$C_{\text{пригот}}$ мг/дм ³	$C_{\text{исх.}}$ мг/дм ³	Вносимый объем, см ³	№ фона	Объем доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешн. %
Sb	50	1000	5	8	100	3 месяца	2
Sb	5	50	10	8	100	10 дней	2
Sb	2	50	10	8	250	10 дней	2
Sb	0,5	5	10	8	100	1 день	2
Sb	0,2	2	10	8	100	1 день	2
Sb	0,1	2	5	8	100	1 день	2
K	20	1000	5	10 (10 см ³) + 2 (до метки)	250	3 месяца	2
K	2	20	10	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	10 дней	2
K	0,5	20	5	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	10 дней	2
K	0,2	20	2	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	10 дней	2
K	0,05	0,5	10	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
K	0,01	0,5	2	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
K	0,005	0,5	2	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	1 день	3
Li	20	1000	5	5 (10 см ³) + 2 (до метки)	250	3 месяца	2
Li	2	20	10	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	10 дней	2
Li	0,5	20	5	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	10 дней	2
Li	0,2	20	2	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	10 дней	2
Li	0,05	0,5	10	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
Li	0,01	0,5	2	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
Li	0,005	0,5	2	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	1 день	3
Mg	20	1000	5	1	250	3 месяца	2
Mg	0,5	20	5	3	200	10 дней	2
Mg	0,2	20	2	3	200	10 дней	2
Mg	0,05	0,5	10	3	100	1 день	2
Mg	0,01	0,5	2	3	100	1 день	3
Mg	0,005	0,5	2	3	200	1 день	3
Mn	20	1000	5	1	250	3 месяца	2
Mn	0,5	20	5	2	200	10 дней	2
Mn	0,2	20	2	2	200	10 дней	2
Mn	0,05	0,5	10	2	100	1 день	2
Mn	0,01	0,5	2	2	100	1 день	3
Mn	0,005	0,5	2	2	200	1 день	3
Mo	20	1000	5	8	250	3 месяца	2
Mo	5	20	50	8	200	10 дней	2
Mo	1	20	10	8	200	10 дней	2
Mo	0,2	5	10	8	250	10 дней	3
Mo	0,1	1	10	8	100	1 день	3

Продолжение таблицы А.1

Элемент	С _{пригот.} мг/дм ³	С _{исх.} мг/дм ³	Вносимый объем, см ³	№ фона	Объем доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешн. %
Na	20	1000	5	5 (10 см ³) + 2 (до метки)	250	3 месяца	2
Na	2	20	10	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	10 дней	2
Na	0,5	20	5	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	10 дней	2
Na	0,2	20	2	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	10 дней	2
Na	0,05	0,5	10	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
Na	0,01	0,5	2	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
Na	0,005	0,5	2	10 (10 см ³) + 3 (до метки)	200	1 день	3
Ni	50	1000	5	1	100	3 месяца	2
Ni	2	50	10	3	250	10 дней	2
Ni	1	50	2	3	100	10 дней	2
Ni	0,5	50	2	3	200	10 дней	2
Ni	0,1	2	5	3	100	1 день	3
Ni	0,05	1	10	3	200	1 день	3
Pb	100	1000	5	1	50	3 месяца	2
Pb	10	100	10	2	100	10 дней	2
Pb	5	100	5	2	100	10 дней	2
Pb	0,5	5	10	2	100	10 дней	2
Pb	0,05	5	1	2	100	1 день	3
Pb	0,02	0,5	10	2	250	1 день	3
Pd	50	1000	5	8	100	3 месяца	2
Pd	2	50	10	8	250	10 дней	2
Pd	1	50	2	8	100	10 дней	2
Pd	0,5	50	1	8	100	10 дней	2
Pd	0,1	2	5	8	100	1 день	3
Pd	0,05	1	10	8	200	1 день	3
Pt	50	1000	5	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	3 месяца	2
Pt	20	1000	2	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Pt	10	50	20	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Pt	5	50	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Pt	2	20	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Rb	5	100	5	5 (10 см ³) + 2 (до метки)	100	3 месяца	2
Rb	2	100	2	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	10 дней	2
Rb	0,5	5	10	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	10 дней	2
Rb	0,05	0,5	10	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3
Rb	0,02	2	1	5 (10 см ³) + 3 (до метки)	100	1 день	3

Продолжение таблицы А.1

Элемент	$C_{\text{пригот}}$, мг/дм ³	$C_{\text{исх}}$, мг/дм ³	Вносимый объём, см ³	№ фона	Объём доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешн. %
Rh	100	1000	5	9 (3 капли) + 8 (до метки)	50	3 месяца	2
Rh	10	100	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Rh	5	100	5	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Rh	0,5	5	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Rh	0,05	5	1	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	1 день	3
Rh	0,02	0,5	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	250	1 день	3
Ru	100	1000	5	9 (3 капли) + 8 (до метки)	50	3 месяца	2
Ru	10	100	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Ru	5	100	5	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Ru	0,5	5	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	10 дней	2
Ru	0,05	5	1	9 (3 капли) + 8 (до метки)	100	1 день	3
Ru	0,02	0,5	10	9 (3 капли) + 8 (до метки)	250	1 день	3
Se	10	1000	2	7	200	3 месяца	2
Se	1	10	10	См. примеч. 1	100	10 дней	2
Se	0,01	1	2	8	200	1 день	2
Se	0,008	1	2	8	250	1 день	2
Se	0,004	1	1	8	250	1 день	3
Se	0,002	0,01	20	8	100	1 день	3
Se	0,001	0,01	10	8	100	1 день	3
Sn	200	1000	5	8	25	3 месяца	2
Sn	50	1000	5	8	100	10 дней	2
Sn	20	200	5	8	50	10 дней	2
Sn	5	50	10	8	100	10 дней	2
Sn	2	20	5	8	50	10 дней	2
Sr	100	1000	5	5	50	3 месяца	2
Sr	10	100	10	5	100	10 дней	2
Sr	5	100	5	5	100	10 дней	2
Sr	0,5	5	10	5	100	10 дней	2
Sr	0,05	5	1	5	100	1 день	3
Sr	0,02	0,5	10	5	250	1 день	3
Te	50	1000	5	8	100	3 месяца	2
Te	5	50	10	8	100	10 дней	2
Te	2	50	10	8	250	10 дней	2
Te	0,5	5	10	8	100	1 день	2
Te	0,2	2	10	8	100	1 день	2
Te	0,1	2	5	8	100	1 день	2

Окончание таблицы А.1

Элемент	$C_{\text{пригот.}}$ мг/дм ³	$C_{\text{исх.}}$ мг/дм ³	Вносимый объем, см ³	№ фона	Объем доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешн. %
Ti	100	2000	5	8	100	3 месяца	2
Ti	20	100	20	8	100	10 дней	2
Ti	5	100	10	8	200	10 дней	2
Ti	1	20	10	8	200	10 дней	2
Ti	0,5	20	5	8	200	10 дней	2
Zn	20	1000	5	1	250	3 месяца	2
Zn	0,5	20	5	3	200	10 дней	2
Zn	0,2	20	2	3	200	10 дней	2
Zn	0,05	0,5	10	3	100	1 день	3
Zn	0,01	0,5	2	3	100	1 день	3
Zn	0,005	0,5	2	3	200	1 день	3

Примечания

1 Ввести 50 см³ фонового раствора №7. Содержимое перемешать и установить колбу на кипящую водяную баню. Через 30 мин. колбу снять, дать остыть до комнатной температуры, довести до метки фоновым раствором №7, перемешать.

2 Растворы хранить в защищенном от света месте.

А.5 Проверка правильности приготовления контрольных растворов

А.5.1 Проверку правильности приготовления контрольных растворов рекомендуется проводить в следующих случаях:

- если найденное значение систематической погрешности для какого-либо из элементов превышает предельно допустимое значение, приведённое в одной из таблиц 6, 11, 14;
- если в результате калибровки, проведённой с использованием данного раствора, вычисленное значение характеристической концентрации существенно (более чем в 2 раза) отличается от значения, приведённого для данного элемента;
- в других случаях, когда возникает предположение о грубой ошибке, допущенной в ходе приготовления контрольных растворов.

А.5.2 Для проведения поверки необходимо приготовить два параллельных контрольных раствора одинаковой концентрации. При этом необходимо использовать одну и ту же ампулу со стандартным образцом ионов и одни и те же пипетки на каждом этапе разбавления.

Для каждого из этих растворов провести серию из 5 измерений концентрации анализируемого элемента и вычислить относительные значения СКО σ_1 и σ_2 по формулам 1, 2, приведённым в “Методике поверки”. Результаты, полученные в этих сериях измерений, проверяют с помощью двух статистических критериев:

- на равномерность;
- на совпадение средних значений.

А.5.3 Для проверки результатов двух серий измерений на равномерность используется неравенство:

$$(\sigma_1 / \sigma_2)^2 < F_p (f_1 f_2) \quad (\text{A.1})$$

(так называемый, F – критерий).

Здесь $F_p (f_1 f_2)$ – распределение Фишера при доверительной вероятности p , f_1, f_2 – число степеней свободы для соответствующих серий измерений. Принять $p=0,95$; $f_1=f_2=4$.

При этом неравенство (А.1) принимает вид:

$$(\sigma_1 / \sigma_2)^2 < 6,4 \quad (\text{A.2})$$

При выполнении условия однородности дисперсий (А.2) значение СКО для заданной концентрации рассчитывается по формуле (А.3):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}{2}} \quad (\text{A.3})$$

А.5.4 Для проверки результатов двух серий измерений на совпадение средних значений используется критерий Стьюдента. Считается, что различие средних значений, полученных в двух сериях измерений, не являются статистически значимыми, если выполняется неравенство:

$$\frac{|\bar{c}_1 - \bar{c}_2|}{\sigma} \cdot \sqrt{5} < t(0.95, 8) \quad (\text{A.4})$$

Здесь C_1 и C_2 – средние значения концентраций, полученные в каждой серии измерений, $t(0,95; 8)$ – коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 и числа степеней свободы = 8 (согласно ГОСТ 8.736-2011).

А.5.5 Контрольные растворы считаются правильно приготовленными, если обе проверки – на равномерность по п. А.5.3 и на совпадение средних значений по п. А.5.4, дали положительные результаты.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

к Методике поверки «Спектрометры атомно-абсорбционные моделей «Квант-2мт», «Квант-2м1»»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки

от «_____» _____ **201** года

Средство измерений: Спектрометры атомно-абсорбционные моделей «Квант-2мт», «Квант-2м1»

(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

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

Зав.№ _____

№/№ _____

Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки «Спектрометры атомно-абсорбционные моделей «Квант-2мт», «Квант-2м1». Методика поверки МП Д4-15», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2015 года.

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

С применением талонов _____

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

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

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа 84 – 107

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

— Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

подписи, ФИО,

должность