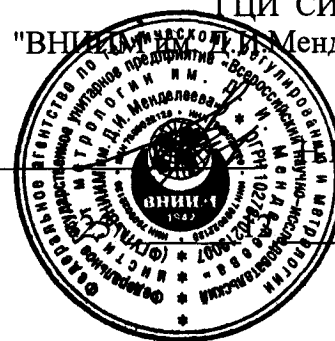


УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП

"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"



И.Ханов

2009 г.

Спектрометры атомно-абсорбционные

novAA 400 и novAA 400P

фирмы

"Analytik Jena AG", Германия

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-0947-2009

мр. 43740-10

Руководитель отдела

ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

Ст. научный сотрудник

М.А. Мешалкин

2009 г.

Настоящая методика распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные novAA 400 и novAA 400P фирмы «AnalytikJena AG», Германия и определяет методы и средства их первичной (после ввоза в РФ и ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверок в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал— 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 поверке	
		Первичной (после ввоза в страну и после ремонта)	Периодической (в процессе эксплуатации)
1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2. Опробование	6.2	Да	Да
3. Определение метрологических характеристик	6.3		
3. Проверка спектрального диапазона	6.3.1	Да*	Нет
4. Определение характеристических концентраций, пределов обнаружения, и относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов:			
- определение относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов;	6.3.2.5	Да	Да
- определение характеристических концентраций;	6.3.2.4	Да	Да
- определение пределов обнаружения;	6.3.2.6	Да	Да

* Только после ремонта или замены оптических элементов спектрометра

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

№ пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
6.3	Государственные стандартные образцы состава растворов металлов: кадмия (ГСО 6690-92), хрома (ГСО 8035-94), меди (ГСО 7998-93), железа (ГСО 8032-94), магния (ГСО 7190-95), марганца (ГСО 8056-94), никеля (ГСО 8001-93), свинца (ГСО 7012-93), цинка (ГСО 8053-94), мышьяка (ГСО 7143-95), ртути (ГСО 8004-93)	Массовая концентрация ионов металлов 0,1 мг/см ³ . Погрешность аттестованного значения $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.
6.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
6.3	Стеклянные меры вместимости: Пипетки мерные ГОСТ 20292, колбы мерные наливные ГОСТ 1770	Класс точности 2 Класс точности 2
4	Термометр лабораторный ТЛ 4-А2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (от 0 до 50) °С, цена деления 0,1 °С.
4	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
4	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ)

Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик с требуемой точностью.

Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ, ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на спектрометр. При получении данных, необходимых для поверки, допускается привлечение персонала, обслуживающего прибор (под контролем поверителя).

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в настоящем Руководстве по эксплуатации в разделе 1.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

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 30 до 90 %
- напряжение питающей сети переменного тока (220⁺²²₋₃₃) В
- частота (50 \pm 1) Гц.

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

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Подготовить спектрометр к работе в соответствии Руководством по эксплуатации спектрометра (раздел 8), в том числе с учетом требованиями настоящей методики поверки. Перед проведением периодической поверки должны быть выполнены регламентные работы, предусмотренные в Руководстве по эксплуатации в разделе 10.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

Наличие маркировки, подтверждающей тип и идентификационный номер спектрометра. Отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

Соответствие фактической комплектности спектрометра указанной в руководстве по эксплуатации (без запасных частей).

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

6.2 Опробование

Опробование спектрометра заключается в его включении, загрузке программы для определения свинец и настройке положения спектральной лампы.

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

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Проверка спектрального диапазона

Проверка спектрального диапазона заключается в поочередной настройке спектрометра (согласно РЭ) для определения свинца на различных длинах волн, приведенных в таблице 3:

Таблица 3

Элемент	Длина волны, нм
Pb	217,0
Pb	283,3
Pb	405,8

Допускается совмещение процедуры проверки спектрального диапазона с процедурой опробования спектрометра.

Результаты проверки считаются положительными, если спектрометр может быть настроен для определения всех перечисленных спектральных линий.

6.3.2 Определение характеристических концентраций, пределов обнаружения и относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов

6.3.2.1 Характеристические концентрации, пределы обнаружения и относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов определяют последовательно для двух элементов из приведенного списка¹, для одного – для электротермического атомизатора с использованием дейтериевого корректора неселективного поглощения и гидридной системы (с использованием реакторного режима):

¹ Таблица 4.

6.3.2.1.1 Длины волн, на которых проводится определение характеристической концентрации и предела обнаружения:

Таблица 4

Элемент	Длина волны, нм
Cd	228,8
Cr	357,9
Cu	324,8
Fe	248,3
Mg	285,2
Mn	279,5
Ni	232,0
Pb	217,0
Zn	213,9
As	193,7
Hg	253,7

6.3.2.2 В соответствии с инструкцией по применению ГСО приготовить поверочный раствор с концентрациями элементов, указанными в таблицах 5 - 7:

Таблица 5

Элемент	Концентрации элемента в поверочном растворе (для пламенного атомизатора), мг/дм ³
Cd	От 0,5 до 2,5
Cr	От 0,5 до 2,5
Cu	От 0,5 до 2,5
Fe	От 1,0 до 5,0
Mn	От 0,5 до 2,5
Mg	От 0,1 до 2,5
Ni	От 1,0 до 5,0
Pb	От 1,0 до 5,0
Zn	От 0,5 до 2,5

Таблица 6

Элемент	Концентрации элемента в поверочном растворе (для электротермического атомизатора), мкг/дм ³
Cd	От 0,2 до 2,5
Cu	От 2,5 до 10,0
Mn	От 1,0 до 5,0
Ni	От 5,0 до 20,0
Pb	От 5,0 до 20,0

Объем дозирования 20 мкл.

Таблица 7

Элемент	Концентрации элемента в поверочном растворе (для гидридной приставки), мг/дм ³
As	От 1,0 до 5,0
Hg	От 1,0 до 5,0

6.3.2.3 Определение характеристических концентраций

Характеристические концентрации ($C_{\text{хар}}$) рассчитывается из результатов измерения оптической плотности атомного пара холостой пробы (дистиллированной воды) и оптической плотности атомного пара поверочного раствора, приготовленного в соответствии с п. 6.3.2.2 настоящей методики, по формуле:

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

где: C – массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мг/дм³;
 D – среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации C (при $n=5$);
 $D_{\text{хол}}$ – среднее арифметическое значение оптической плотности атомного пара холостой пробы (при $n=5$).

6.3.2.4 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов (S).

Относительное СКО рассчитывается по формуле (2) по результатам измерений для раствора, для которого производился расчет характеристической концентрации

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C - C_i)^2}{n - 1}} \quad (2)$$

где: C – среднее арифметическое результатов n измерений;
 C_i – i -ое значение результата измерений;
 n – число измерений.

Спектрометр считается прошедшим поверку по п.п. 6.3.2.3 и 6.3.2.4, если значения характеристических концентраций и относительного СКО случайной составляющей погрешности не превышают значений, указанных в таблицах 8 - 10:

Характеристические концентрации и относительное СКО для пламенного атомизатора

Таблица 8

Элемент	Предельные допускаемые значения	
	$C_{\text{хар}}$, не более, мкг/дм ³	S , не более, %
Cd	15	2,0
Cr	50	2,0
Cu	75	2,0
Fe	30	2,0
Mg	10	2,0

Mn	50	2,0
Ni	75	2,0
Pb	150	2,0
Zn	20	2,0

Характеристические концентрации и относительное СКО для электротермического атомизатора

Таблица 9

Элемент	Предельные допускаемые значения	
	$C_{хар}$, не более, мкг/дм ³	S, не более, %
Cd	0,075	2,5
Cu	0,60	2,5
Mn	0,20	2,5
Ni	0,90	2,5
Pb	1,7	2,5

Характеристические концентрации и относительное СКО для гидридной приставки

Таблица 10

Элемент	Предельные допускаемые значения	
	$C_{хар}$, мкг/дм ³ , не более	S, %, не более
As	0,005	5,0
Hg	0,03	5,0

6.3.2.5 Определение пределов обнаружения

6.3.2.5.1 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_{iw} .

6.3.2.5.2 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений \bar{D}_w :

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

стандартное отклонение σ_w :

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

и предел обнаружения элемента:

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

где: 2,28 - коэффициент Стьюдента для $p=0,95$ и $n=10$.

$C_{хар}$ - рассчитанная характеристическая концентрация.

6.3.2.5.3 Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3.2.5, если рассчитанные пределы обнаружения $C_{пр}$ не превышают значения, приведенные в таблицах 11 - 13:

Пределы обнаружения для пламенного атомизатора

Таблица 11

Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
Cd	10
Cr	50
Cu	30
Fe	40
Mg	10
Mn	30
Ni	40
Pb	200
Zn	20

Пределы обнаружения для электротермического атомизатора

Таблица 12

Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
Cd	0,07
Cu	0,5
Mn	0,2
Ni	1,0
Pb	1,0

Пределы обнаружения для гидридной приставки

Таблица 13

Элемент	Предел обнаружения, мкг/дм ³ , не более
As	0,1
Hg	0,2

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки вносятся в протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении 1.

7.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению и на него выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускается и на него выдается извещение о непригодности к применению с указанием причин.

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Заводской №: _____

Атомизатор _____

Дата выпуска: _____

Дата поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха: _____

атмосферное давление: _____

относительная влажность: _____

В ходе поверки использовалась горелка для пламени ацетилен-воздух длиной 50 (100) мм. Для поверки использовались стандартные образцы растворов металлов .

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ1. Результаты внешнего осмотра: *соответствует требованиям;*2. Результаты опробования: *соответствует требованиям;*

3. Определение метрологических характеристик:

3.1. Определение:

- характеристической концентрации: _____
- предела обнаружения: _____
- относительного СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении массовой концентрации элементов: _____

Закключение: *метрологические характеристики соответствуют/не соответствует требованиям.*

Поверитель: