

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ» -
Руководитель ГЦИ СИ
Н.П. Муравская
«07» июня 2013 г

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО – АБСОРБЦИОННЫЕ

«КВАНТ.Z1»

Методика поверки

ГКНЖ 84.00.000-1 МП

Директор ООО «КОРТЭК»

Е. М. Рукин

«06» июня 2013 г.

Москва

2013 г.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	4
4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	5
5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	5
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	6
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	11
ПРИЛОЖЕНИЕ 1. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ МЫШЬЯКА, МЕДИ, ЦЕЗИЯ И РТУТИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7264-96, ГСО 6073-91, ГСО 7037-93, ГСО 8004-93.....	13
ПРИЛОЖЕНИЕ 2 ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	18

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на спектрометры атомно–абсорбционные «КВАНТ.З1» (далее по тексту - спектрометры), предназначенные для проведения количественного элементного анализа жидких проб различного происхождения и состава, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между периодическими поверками установлен длительностью в 1 год.

Кроме того, внеочередная поверка должна проводиться после ремонта спектрометра.

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	при периодической и внеочередной поверке
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование	6.2	Да	Да
Проверка идентификации программного обеспечения	6.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.4		
Определение предела обнаружения элементов (по критерию 3σ)	6.4.1	Да	Да (по Cu и Hg*)
Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации	6.4.2	Да	Да (по Cu и Hg*)
Определение относительной систематической составляющей погрешности измерения концентрации	6.4.3	Да	Да (по Cu и Hg*)

* - определение производится при наличии в комплекте спектрометра ртутной приставки ГРГ–112.

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

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 средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
6.4.1 – 6.4.3	Государственные стандартные образцы состава растворов ионов As (ГСО 7264-96), Cu (ГСО 7998-93), Hg (ГСО 8004-93)	Массовая концентрация ионов As – 0,1 г/дм ³ , Cu и Hg - 1,0 г/дм ³ Погрешность определения концентрации 1 % при доверительной вероятности $p=0,95$.
	Межгосударственный стандартный образец состава раствора ионов Cs (МСО 1060:2004)	Массовая концентрация ионов Cs - 10,0 г/дм ³ Погрешность определения концентрации 1 % при доверительной вероятности $p=0,95$.
	Посуда мерная по ГОСТ 29227-91, 29169-91, 1770-74	Класс точности 2

2.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. Эксплуатация спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями “Правила техники безопасности при эксплуатации установок потребителей” ГОСТ 12.1.019-79.

3.2. Помещение, в котором установлены спектрометры, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

3.3. Помещение, в котором установлены спектрометры должно иметь площадь не менее 10 м², объем не менее 30 м³ и приточно-вытяжную вентиляцию. Над модулями атомизации спектрометров должен быть установлен вытяжной зонт.

3.4. По способу защиты от поражения электрическим током спектрометры относятся к классу 01 по ГОСТ 12.2.007.0-75. Перед включением в сеть электропитания прибор должен быть подсоединён к контуру заземления гибким медным проводом с сопротивлением не более 0,1 Ом.

Перед подсоединением или отсоединением заземляющего провода прибор необходимо отключить от сети.

Недопустимо последовательное включение в заземляющий провод нескольких устройств. Недопустимо использование для заземления нулевой фазы сети электропитания.

3.5. К работе со спектрометрами допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электроустановками до 1000 В и имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00., обученные правилам пользования газовыми баллонами и требованиям техники безопасности при работе с химическими реактивами, изучившие руководство по эксплуатации, имеющие навыки пользования персональным компьютером и аттестованные в качестве

поверителей в соответствии с ПР 50.2.012. Обучение правилам безопасности следует проводить в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-90.

3.6. 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.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа 100 ± 15
- напряжение питания переменного тока, В 220 ± 22
- при частоте, Гц 50 ± 1

4.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать посторонние источники излучения, а также мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля, а также необходимо исключить появление пыли и паров, вызывающих коррозию.

4.3 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п., чтобы крышка прибора не нагревалась (до 70 °C или больше). Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более (1,5 - 2)°C.

4.4 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать сквозняки, коррозионные атмосферы и вибрация. Зоны для подготовки проб и хранения материалов следует располагать в отдельном помещении.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Откройте крышку (рис. 1, позиция 1) лампового отсека, поднимите крышку держателя лампы (рис. 1, позиция 2). Крышка держателя фиксируется в верхнем положении.

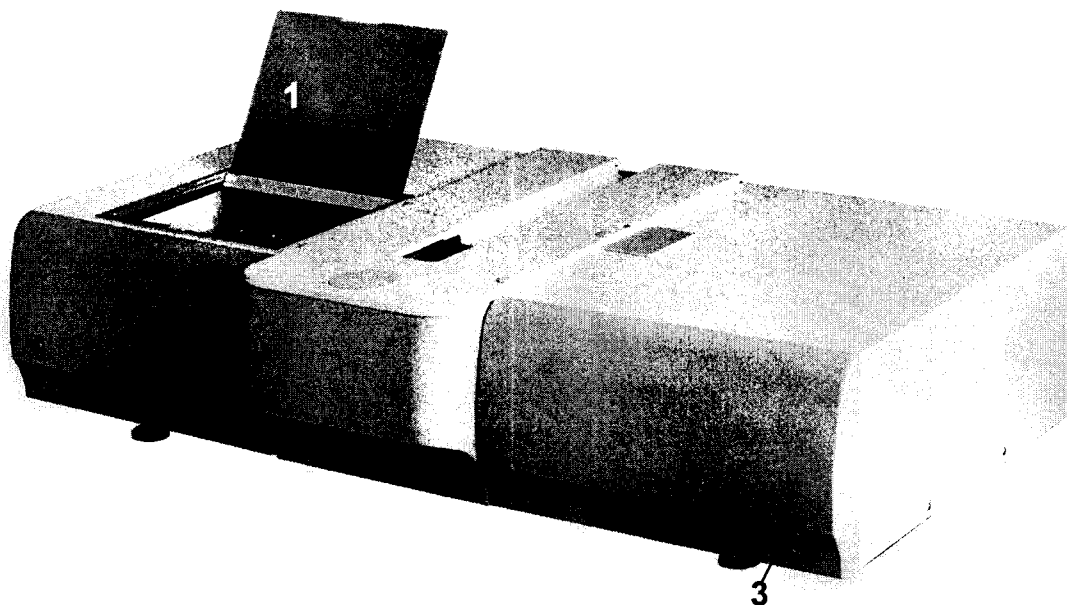


Рисунок 1 - Подготовка спектрометра к поверке

5.2 Вставьте лампу в ламповую панельку, располагаемую на гибком кабеле так, чтобы ключ на цоколе лампы и паз в панельке совпали и закройте крышку держателя лампы.

5.3 Включить компьютер. При загрузке компьютера кнопка включения спектрометра мигает короткими вспышками, а после окончания загрузки вспышки становятся длительными.

5.4 Включить спектрометр, нажав на кнопку включения спектрометра (рис. 1, позиция 3). При этом будет слышен щелчок включения магнитного пускателя, и кнопка включения начнет светиться постоянно, не мигая.

5.5 Из государственных и межгосударственных стандартных образцов приготовить аттестованные растворы ионов As, Cu, Cs, Hg в соответствии с приложением 1.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 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;
- наличие эксплуатационной документации;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрофотометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

6.1.2 Спектрометры считаются прошедшими поверку, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Запустите программу «КВАНТ Z», ярлык которой находится на рабочем столе. Появится главное окно программы (см. рисунок 2). Зеленые индикаторы «Вода», «Аргон» индицируют наличие связи между прибором и компьютером, наличие охлаждающей воды и аргона, соответственно. Зеленый индикатор «Атомизатор закрыт» индицирует, что графитовая печь надежно зажата между токоподводящими графитовыми контактами.

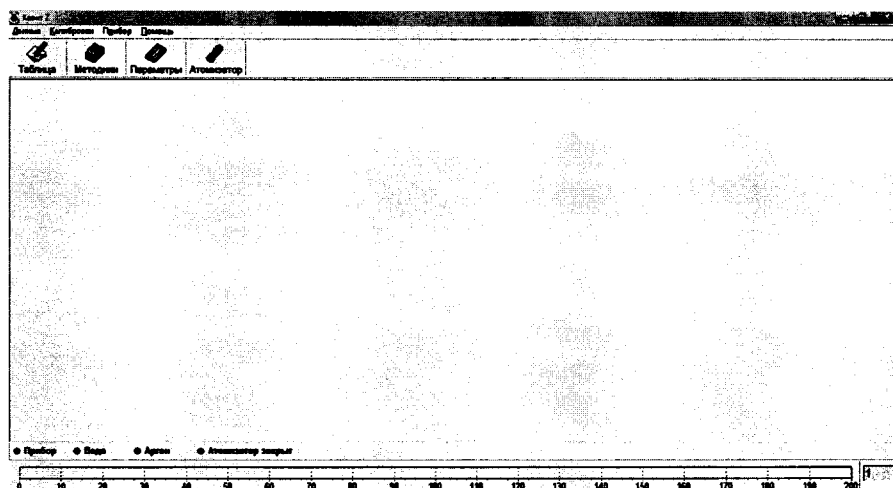


Рисунок 2 - Главное окно программы

6.2.2 Кликните по кнопке «Методики» в главном окне программы. В окне «Методики и калибровки» (см. рисунок 3), содержащем список и таблицу определяемых элементов, откройте базовую методику на определяемый элемент. Например, для меди откройте методику «Cu». Появится окно «Методики и калибровки» (см. рисунок 4) с параметрами этой методики.

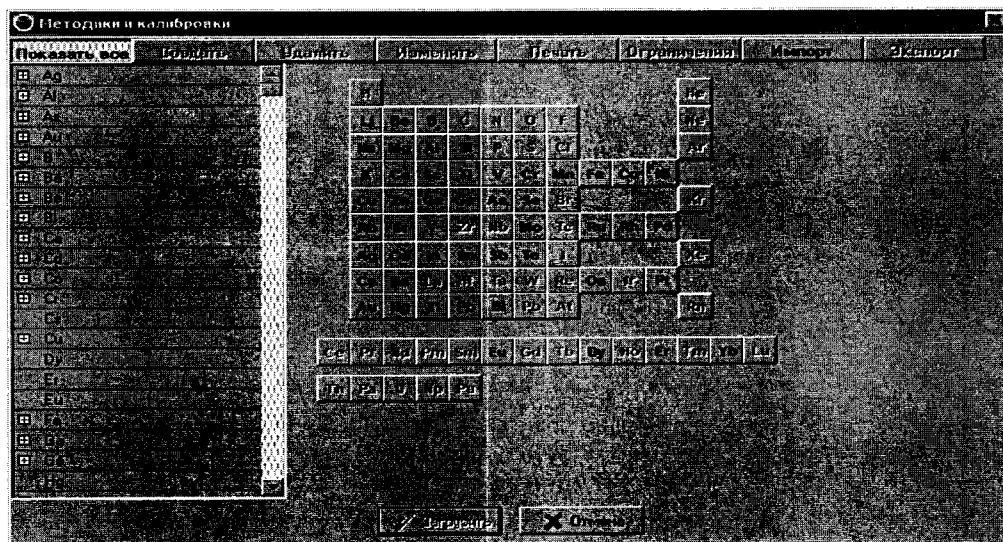


Рисунок 3 - Окно «Методики и калибровки» со списком и таблицей элементов

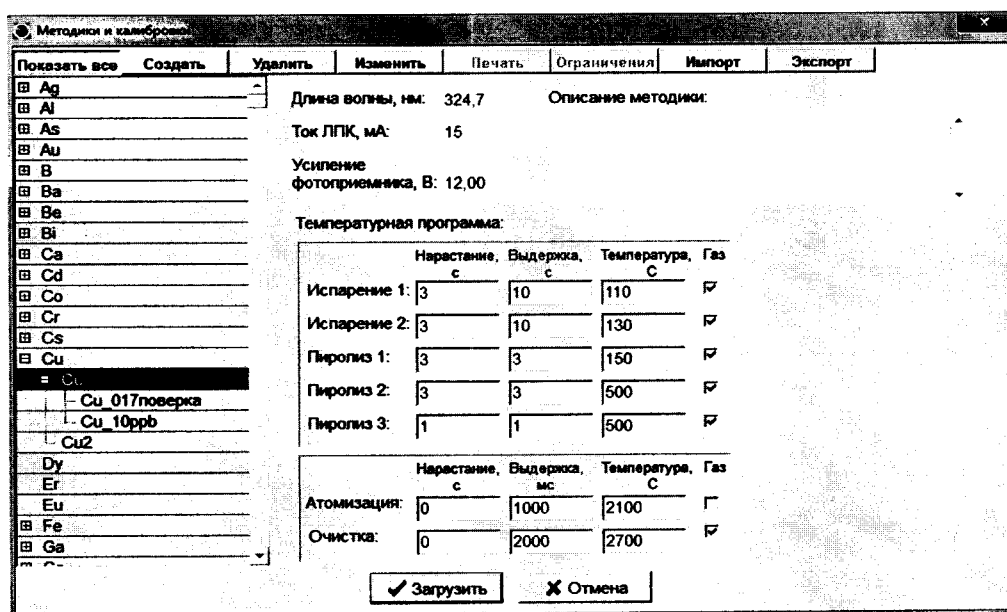


Рисунок 4 - Окно «Методики и калибровки» с выбранной методикой «Cu»

6.2.3 Загрузите методику на определяемый элемент, нажав на клавишу «Загрузить» в окне с выбранной методикой (см. рисунок 4). Убедитесь, что длина волны резонансной линии и ток ЛПК соответствует значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Элемент	Длина волны, нм	Ток ЛПК, мА	Объем аликвоты, мкл	Концентрации элемента в стандартных растворах, мкг/дм ³
As	193,7	25	10	0; 5; 10; 20
Cu	324,7	15	10	0; 5; 10; 20
Cs	852,1	30	10	0; 5; 10; 20
Hg	253,7	10	10000	0; 0,2; 0,4; 0,8

6.2.4 Отъюстируйте положение спектральной лампы, соответствующее максимальной интенсивности излучения, проходящего через атомизатор, произведите подстройку длины волны и балансировку сигнала интенсивности.

6.2.5 Создайте калибровку на определяемый элемент, используя стандартные растворы, перечисленные в таблице 3. Перейдите в окно «Измерения» (см. рисунок 5).

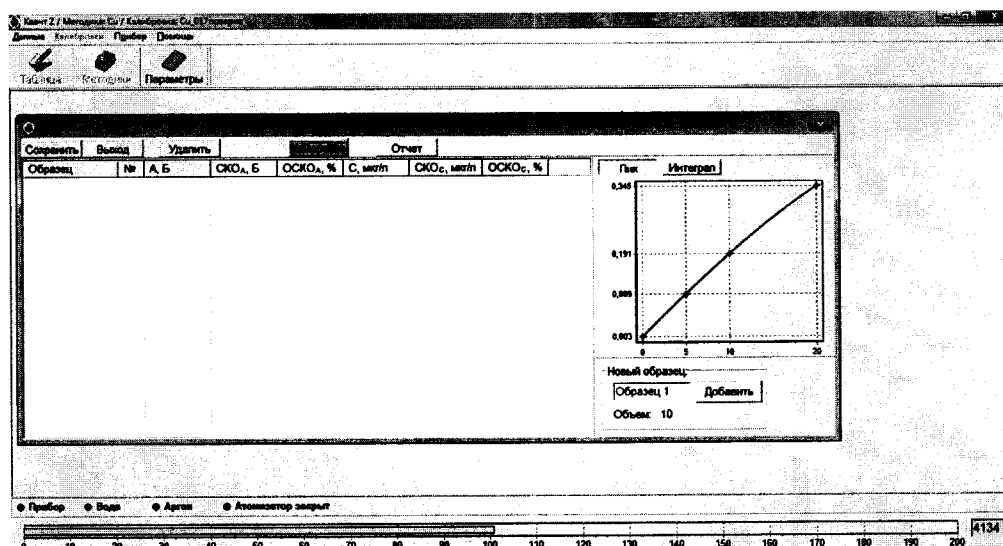


Рисунок 5 - Окно «Измерения»

6.2.6 Для опробования спектрометра в окне «Измерения» провести пробные измерения для определяемого элемента.

6.2.7 Спектрометры считаются прошедшими опробование, если были установлены правильность выполнения программы нагрева графитовой печи, правильность отработки аварийных сообщений при проведении измерений, адекватность полученной информации.

6.3 Проверка идентификационных данных ПО

6.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: наименование программного обеспечения, идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения, цифровой идентификатор программного обеспечения, алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения.

6.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни А, В или С).

6.3.3 Проводят оценку влияния программного обеспечения на метрологические характеристики спектрофотометра.

6.3.4 Спектрометры считаются прошедшими поверку, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют приведенным в таблице 4, а защита программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С».

Таблица 4

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Программа КВАНТЗ	kvantZ	3.0.0	BFA9AD48	CRC32

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение предела обнаружения элементов (по критерию 3σ)

6.4.1.1 Загрузить созданную калибровку на определяемый элемент (см. рисунок 6).

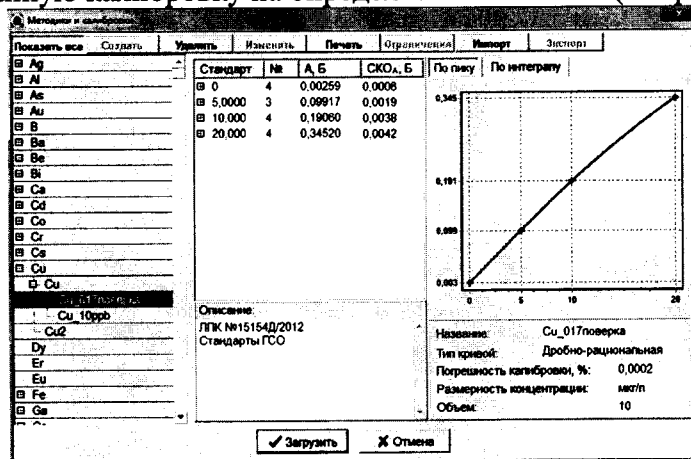


Рисунок 6 - Загрузка созданной калибровки

6.4.1.2 Произвести уточнение калибровки по стандарту «0» - фоновому раствору, используемому для приготовления стандартных растворов (см. рисунок 7) и нажать клавишу «Продолжить».

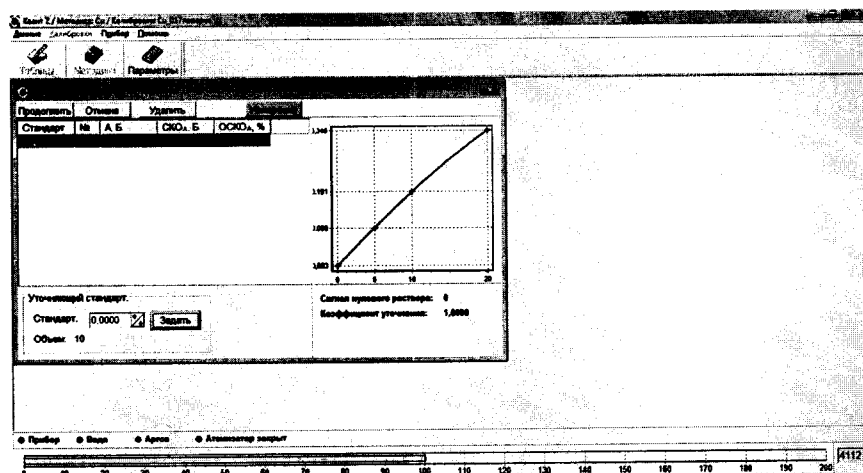


Рисунок 7 - Уточнение калибровки

6.4.1.3 В открывшемся окне «Измерения» (см. рисунок 5) произвести десять ($n=10$) измерений концентрации определяемого элемента в пустой графитовой печи без дозирования в графитовую печь какого-либо раствора.

6.4.1.4 В таблице окна «Измерения» отобразятся измеренные значения концентрации (C_i), среднее арифметическое значение (\bar{C}) результатов измерений, среднее квадратическое отклонение ($СКО_C$) результатов измерения и относительное среднее квадратическое отклонение ($ОСКО_C$) результатов измерения концентрации, которые вычисляются по формулам (1) – (3):

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

$$СКО_c = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$ОСКО_c = \frac{СКО_c}{\bar{c}} \times 100\%, \quad (3)$$

6.4.1.5 Предел обнаружения (ПрО) элемента, определяемый по критерию 3σ , вычисляется по формуле (4):

$$ПрО = 3 \times СКО_c, \text{ мкг/дм}^3 \quad (4)$$

где $СКО_c$ - стандартное отклонение результатов измерений концентрации определяемого элемента в пустой графитовой печи без дозирования в графитовую печь какого-либо раствора.

6.4.1.6 Спектрометры признаются прошедшими поверку, если рассчитанные значения ПрО элемента не превышают значения, приведенные в таблице 5.

Таблица 5

Элемент	Значения пределов обнаружения (ПрО), мкг/дм ³
As	0,2
Cu	0,1
Cs	0,1
Hg	0,01

6.4.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации

6.4.2.1 В окне «Измерения» (см. рисунок 5) производим по пять ($n=5$) измерений концентрации определяемого элемента в контрольных растворах приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Элемент	Концентрации элемента в контрольных растворах, мкг/дм ³
Мышьяк	2,5
	15
Медь	2,5
	15
Цезий	2,5
	15
Ртуть	0,1
	0,6

6.4.2.2 Значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) вычисляются программой автоматически.

6.4.2.3 Спектрометры считаются прошедшими поверку, если значения ОСКО не превышают предельных значений, указанных в таблице 7.

Таблица 7

Элемент	Концентрации элемента в контрольных растворах, мкг/дм ³	ОСКО, %
Мышьяк	0,2 – 5	20,0
	5 - 20	5,0
Медь	0,1 – 5	10,0
	5 - 20	4,0
Цезий	0,1 – 5	10,0
	5 - 20	4,0
Ртуть	0,01 – 0,2	15,0
	0,2 – 0,8	6,0

6.4.3 Определение относительной систематической составляющей погрешности измерения концентрации

6.4.3.1 Значение относительной систематической составляющей погрешности Δ_c вычислить по формуле (5):

$$\Delta_c = \frac{C_{\text{ном}} - \bar{C}}{C_{\text{ном}}} \cdot 100\% \quad (5)$$

где $C_{\text{ном}}$ – концентрация элемента в контрольном растворе (см. таблицу 6),

\bar{C} – среднее арифметическое значение результатов пяти измерений концентрации элемента в контрольном растворе.

6.4.3.2 Спектрометры считаются прошедшими поверку, если значения относительной систематической составляющей погрешности не превышают значений, указанных в таблице 8.

Таблица 8

Элемент	Концентрации элемента в контрольных растворах, мкг/дм ³	Δ_c , %
Мышьяк	0,2 – 5	±20,0
	5 - 20	±10,0
Медь	0,1 – 5	±20,0
	5 - 20	±10,0
Цезий	0,1 – 5	±20,0
	5 - 20	±10,0
Ртуть	0,01 – 0,2	±25,0
	0,2 – 0,8	±15,0

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдаются свидетельства о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 6.4.1 - 6.4.3 фактических значений метрологических характеристик спектрометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно ПР 50.2.006-94 «ГСИ. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения», и спектрометры допускают к эксплуатации.

7.2 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодным, не допускаются к применению и на них выдаются свидетельства 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 ПР 50.2.006-94.

Начальник отдела
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Руководитель группы испытаний средств измерений
ФГУП «ВНИИОФИ»



Т. Н. Ссыпных

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



Я.И. Ермакова

Ведущий научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»



Ю.М. Садагов

ПРИЛОЖЕНИЕ 1. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ МЫШЬЯКА, МЕДИ, ЦЕЗИЯ И РТУТИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7264-96, ГСО 7998-93, МСО 1060:2004, ГСО 8004-93

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов ионов мышьяка, меди, цезия и ртути на основе разбавления ГСО 7264-96, ГСО 7998-93, МСО 1060:2004, ГСО 8004-93. Аттестованные растворы ионов мышьяка, меди, цезия и ртути предназначены для поверки спектрометров атомно-абсорбционных «КВАНТ.З1». Аттестованное значение концентрации ионов мышьяка, меди и цезия в растворах – 2,5 мг/дм³ и 15 мг/дм³. Аттестованное значение концентрации ионов ртути в растворах – 0,1 мг/дм³ и 0,6 мг/дм³.

А.2 Нормы и погрешности

А.2.1 Характеристики погрешности аттестованных растворов ионов мышьяка, меди, цезия и ртути оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов ионов мышьяка, меди, цезия и ртути.

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение аттестованных растворов ионов мышьяка, меди, цезия и ртути с погрешностью аттестованных значений ионов мышьяка, меди, цезия и ртути не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

А.3.1 Весы лабораторные, 2-ой класс точности, с верхним пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Меры массы (гири), 2-ой класс точности по ГОСТ 7328-2001.

А.3.3 Колбы мерные наливные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74:

А.3.4 Пипетки мерные по ГОСТ 29228-91.

А.3.5 Стаканы низкие по ГОСТ 25336-82.

А.3.6 Стакан термостойкий В-1-50 ТС по ГОСТ 25336-82.

А.3.7 Стаканчики для взвешивания СВ по ГОСТ 25336-82.

А.3.8 Кислота азотная (ОСЧ) по ГОСТ 11125-84.

А.3.9 Кислота соляная (ОСЧ) по ГОСТ 14261-77.

А.3.10 Кислота серная (ОСЧ) по ГОСТ 14262-78.

А.3.11 Калий двуххромовокислый (ХЧ) по ГОСТ 4220-75.

А.3.12 Олово двуххлористое, 2-водное по ТУ 6-09-5384-88.

А.3.13 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.3.15 Государственные стандартные образцы состава раствора ионов металла с массовой концентрацией:

- мышьяк	- 0,1 г/дм ³	- ГСО 7264-96;
- медь	- 1 г/дм ³	- ГСО 6073-91;
- цезий	- 10 г/дм ³	- ГСО 7037-93;
- ртуть	- 1 г/дм ³	- ГСО 8004-93.

А.4 Требования безопасности

А.4.1 При использовании растворов стандартных образцов следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. Отходы, которые могут оказать вредное действие на персонал и окружающую среду, должны быть обезврежены.

А.4.2 Азотная кислота токсична. Дым, содержащий оксид (II) азота, оксид (V) азота и туман азотной кислоты, при превышении предельно допустимой концентрации раздражает дыхательные пути и может вызвать разрушение зубов, конъюнктивиты и поражение роговицы глаза. При работе с азотной кислотой необходимо использовать индивидуальные средства защиты: защитные очки, кислотозащитные перчатки.

А.4.3 Соляная кислота раздражает слизистые оболочки дыхательных путей, поражает легкие. При попадании на кожу вызывает ожоги. При работе с соляной кислотой необходимо применять респираторы, защитные очки, резиновые перчатки. Помещения, в которых проводят работы должны быть оборудованы эффективной приточно-вытяжной вентиляцией.

А.4.4 Серная кислота раздражает и обжигает слизистые оболочки верхних дыхательных путей, поражает легкие. При попадании на кожу вызывает тяжелые ожоги. Все операции по выпариванию серной кислоты должны проводиться в вытяжном шкафу лаборатории. Все работы с серной кислотой необходимо выполнять в спецодежде индивидуального пользования: в халате с длинными рукавами и резиновых перчатках.

А.4.5 Двухромово-кислый калий ядовит, действует раздражающе и прижигающе на слизистые оболочки и кожу, вызывая изъязвления, а также поражает желудочно-кишечный тракт. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией; в местах наибольшего пыления следует предусмотреть местные отсосы; анализ препарата следует проводить в лабораториях в вытяжном шкафу.

А.5 Подготовка посуды

А.5.1 Новую или загрязненную посуду промыть раствором синтетических моющих средств, затем водопроводной водой, а после этого прополоскать дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду промыть 1 М раствором азотной кислоты (64 см³ азотной кислоты поместить в мерную колбу объемом 1 дм³ и довести до метки дистиллированной водой).

А.5.2 Новую посуду, предназначенную для хранения растворов с концентрацией ионов металлов менее 1 г/дм³ промыть согласно п. А.5.1, заполнить раствором, подлежащим хранению, выдержать не менее 8 часов, слить раствор и ополоснуть 20 см³ дистиллированной воды.

А.6 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ФОНОВЫХ РАСТВОРОВ

А.6.1 2 М раствор азотной кислоты

Объем 128 см³ азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать

А.6.2 0,1 М раствор азотной кислоты

Объем 6,4 см³ азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.6.3 0,1 М раствор серной кислоты

Объем 9,8 см³ серной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм³, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

А.6.4 Раствор никеля азотнокислого с массовой концентрацией 5 г/дм³

Навеску 2,5 г никеля азотнокислого поместить в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавить 200 см³ дистиллированной воды и перемешать до полного растворения. Довести до метки дистиллированной водой.

А.6.5 Фоновый раствор никеля азотнокислого с массовой концентрацией 50 мкг/см³

Объем 5 см³ раствора никеля азотнокислого с массовой концентрацией 5 г/дм³ (п. 3.4) поместить в мерную колбу вместимостью 500 см³, довести до метки дистиллированной водой и. Раствор перемешать. Хранится в течение 1 года.

А.6.6 Раствор калия двуххромовокислого с концентрацией 40 мг/см³

Навеску 20 г калия двуххромовокислого растворить в 40÷50мл дистиллированной воды. Перелить полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³ добавить 50см³ азотной кислоты и довести до метки дистиллированной водой.

А.6.7 Фоновый раствор калия двуххромовокислого с концентрацией 200 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ поместить 50 см³ азотной кислоты и 5 см³ раствора калия двуххромовокислого с концентрацией 40мг/см³ (п А.6.6) и довести до метки дистиллированной водой.

А.6.8 Раствор олова двуххлористого с концентрацией 100 мг/см³

Навеску 10,0 г олова двуххлористого поместить в стакан, добавить 25 см³ соляной кислоты, при слабом нагревании (60÷80°С) и перемешивании полностью растворить навеску до просветления раствора. После охлаждения раствор перенести в мерную колбу вместимостью 100см³ и довести до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешать. При помутнении раствор отфильтровать. Раствор использовать в день приготовления.

А.7 ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ МЫШЬЯКА

А.7.1 Приготовление основного раствора мышьяка с массовой концентрацией 500 мкг/дм³

Вскрыть ампулу стандартного образца состава раствора ионов мышьяка с концентрацией 0,1 г/дм³, вылить в сухой стакан, мерной пипеткой отобрать 1 см³, перенести в мерную колбу вместимостью 200 см³, довести до метки 0,1 М раствором азотной кислоты (п. 3.2) и перемешать.

Срок хранения раствора – 12 месяцев.

А.7.2 Приготовление стандартных и контрольных растворов мышьяка

Стандартные (с) и контрольные (к) растворы мышьяка готовить путем разбавления основного створа мышьяка (п. А.7.1) фоновым раствором никеля (п. А.6.5). Объемы

основного раствора и объемы мерных колб, в которых готовятся растворы, приведены в таблице 1.

Таблица 1

№ и тип р-ра	$C_{ном}$, мкг/дм ³	Объем основного раствора, см ³	Объем мерной колбы, см ³
1к	2,5	1	200
2с	5	1	100
3с	10	2	100
4к	15	3	100
5с	20	2	50

Срок хранения стандартных и контрольных растворов – 30 дней.

Границы относительной погрешности концентрации мышьяка в стандартных и контрольных растворах составляют $\pm 2\%$ при доверительной вероятности 0,95.

А.8 ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ МЕДИ

А.8.1 Приготовление промежуточного раствора меди с массовой концентрацией 50 мг/дм³

Вскрыть ампулу стандартного образца состава раствора ионов меди с концентрацией 1 г/дм³, вылить в сухой стакан, мерной пипеткой отобрать 5 см³, перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³, довести до метки 0,1 М раствором азотной кислоты (п. А.6.2) и перемешать.

Срок хранения раствора – 12 месяцев.

А.8.2 Приготовление основного раствора меди с массовой концентрацией 500 мкг/дм³

Мерной пипеткой отобрать объем 1 см³ промежуточного раствора меди (п. А.8.1), перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³, довести до метки 0,1 М раствором азотной кислоты (п. А.6.2), перемешать.

Срок хранения раствора – 6 месяцев.

А.8.3 Приготовление стандартных и контрольных растворов меди

Стандартные (с) и контрольные (к) растворы меди готовить путем разбавления основного раствора меди (п. А.8.2) 0,1 М раствором азотной кислоты (п. А.6.2). Объемы основного раствора и объемы мерных колб, в которых готовятся растворы приведены в таблице 2.

Таблица 2

№ и тип р-ра	$C_{ном}$, мкг/дм ³	Объем основного раствора, см ³	Объем мерной колбы, см ³
1к	2,5	1	200
2с	5	1	100
3с	10	2	100
4к	15	3	100
5с	20	2	50

Срок хранения стандартных и контрольных растворов – 30 дней. Границы относительной погрешности концентрации меди в стандартных и контрольных растворах составляют $\pm 2\%$ при доверительной вероятности 0,95.

А.9 ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ЦЕЗИЯ**А.9.1 Приготовление промежуточного раствора цезия с массовой концентрацией 100 мг/дм³**

Вскрыть ампулу стандартного образца состава раствора ионов цезия с концентрацией 10 г/дм³, вылить в сухой стакан, мерной пипеткой отобрать 2 см³, перенести в мерную колбу вместимостью 200 см³, довести до метки 0,1 М раствором серной кислоты (п. А.6.3) и перемешать.

Срок хранения раствора – 12 месяцев.

А.9.2 Приготовление основного раствора цезия с массовой концентрацией 500 мкг/дм³

Мерной пипеткой отобрать объем 1 см³ промежуточного раствора цезия (п. А.9.1), перенести в мерную колбу вместимостью 200 см³, довести до метки 0,1 М раствором серной кислоты (п. А.6.3), перемешать.

Срок хранения раствора – 6 месяцев.

А.9.3 Приготовление стандартных и контрольных растворов цезия

Стандартные (с) и контрольные (к) растворы цезия готовить путем разбавления основного раствора меди (п. А.9.2) 0,1 М раствором серной кислоты (п. А.6.3). Объёмы основного раствора и объёмы мерных колб, в которых готовятся растворы, приведены в таблице 3.

Таблица 3

№ и тип р-ра	$C_{ном}$, мкг/дм ³	Объём основного раствора, см ³	Объём мерной колбы, см ³
1к	2,5	1	200
2с	5	1	100
3с	10	2	100
4к	15	3	100
5с	20	2	50

Срок хранения стандартных и контрольных растворов – 30 дней. Границы относительной погрешности концентрации цезия в стандартных и контрольных растворах составляют $\pm 2\%$ при доверительной вероятности 0,95.

А.10 ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ РТУТИ**А.10.1 Приготовление промежуточного раствора ртути с массовой концентрацией 10 мг/дм³**

Вскрыть ампулу стандартного образца состава раствора ионов ртути, вылить в сухой стакан, мерной пипеткой отобрать 2 см³, перенести в мерную колбу вместимостью 200 см³, довести

до метки фоновым раствором калия двуххромовокислого (п. А.6.7), перемешать.

Срок хранения раствора – 6 месяцев.

А.10.2 Приготовление основного раствора ртути с массовой концентрацией 10 мкг/дм³

Мерной пипеткой отобрать объем 1 см³ промежуточного раствора ртути (п. А.10.1), перенести в мерную колбу вместимостью 1000 см³, довести до метки фоновым раствором калия двуххромовокислого (п. А.6.7), перемешать.

Срок хранения раствора – 1 месяц.

А.10.3 Приготовление стандартных и контрольных растворов ртути

Стандартные и контрольные растворы ртути готовить непосредственно перед измерениями путем разбавления основного раствора ртути (п. А.10.2) дистиллированной водой. Используемые объёмы основного раствора и объёмы мерных колб приведены в таблице 4.

Таблица 4

№ и тип р-ра	$C_{ном}$, мкг/дм ³	Объём основного раствора, см ³	Объём мерной колбы, см ³
1к	0,1	5	500
2с	0,2	10	500
3к	0,4	20	500
4к	0,6	30	500
5с	0,8	40	500

Срок хранения стандартных и контрольных растворов – 10 мин. Границы относительной погрешности концентрации ртути в контрольных растворах составляют $\pm 2\%$ при доверительной вероятности 0,95.

А.10.4 В качестве восстановителя ртути применять раствор олова двухлористого концентрации 100 мг/см³ (п. А.6.8).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
к Методике поверки
Спектрометры атомно-абсорбционные «КВАНТ.Z1»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от «_____» _____ 201_ года

Средство измерений: Спектрометр атомно-абсорбционный «КВАНТ.Z1»
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 «КВАНТ.Z1»» № ГКНЖ 84.00.000-1 МП утвержденной ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИОФИ» «19» февраля 2013

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

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: _____
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	100 ± 15
- напряжение питания переменного тока, В	220 ± 22
- при частоте, Гц	50 ± 1

Получены результаты поверки метрологических характеристик

Характеристика	Результат	Требования методики поверки, не более
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ), мкг/дм ³ - мышьяк (λ= 193,7 нм), - медь (λ= 324,7 нм), цезий (λ=852,1нм), - цезий (λ= 852,1 нм) - ртуть (λ= 253,7 нм)		0,2 0,1 0,1 0,01
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения концентрации, % мышьяк 0,2 - 5 мкг/дм ³ 5 - 20 мкг/дм ³ медь 0,1 - 5 мкг/дм ³		20,0 5,0 10,0

цезий	5 - 20 мкг/дм ³		4,0
	0,1 - 5 мкг/дм ³		10,0
ртуть	5 - 20 мкг/дм ³		4,0
	0,01 - 0,2 мкг/дм ³		15,0
	0,2 - 0,8 мкг/дм ³		6,0
Пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности измерения концентрации, %			
мышьяк	0,2 - 5 мкг/дм ³		±20,0
	5 - 20 мкг/дм ³		±10,0
медь	0,1 - 5 мкг/дм ³		±20,0
	5 - 20 мкг/дм ³		±10,0
цезий	0,1 - 5 мкг/дм ³		±20,0
	5 - 20 мкг/дм ³		±10,0
ртуть	0,01 - 0,2 мкг/дм ³		±25,0
	0,2 - 0,8 мкг/дм ³		±15,0

Рекомендации _____
 Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
 _____ подписи, ФИО, должность