



УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ» -
Руководитель ГЦИ СИ
Н.П. Муравская
«25» декабря 2012 г

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ А-2

**Методика поверки
МП 95.Д4-12**

**г. Москва
2012 г**

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные А-2 (далее по тексту – спектрометры), предназначенные для измерения содержания различных элементов в минерализованных пробах различного состава и происхождения.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			при первичной поверке	при периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона измерений	8.4.1	Да	Да
6	Определение предела допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности	8.4.2	Да	Да
7	Определение пределов допустимой систематической составляющей погрешности	8.4.3	Да	Да
8	Определение пределов обнаружения элементов (по критерию 3σ)	8.4.4	Да	Да

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

3 Средства поверки

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

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики.
8.4.1-8.4.4	1 Лампы эталонные спектральные с полым катодом входящие в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2011. 2. Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Cd (ГСО 7773-2000), Cu (ГСО 7764-2000). Массовая концентрация ионов металлов Cd, Cu 1,0 мг/см ³ . Погрешность определения концентрации 1% при доверительной вероятности $p=0,95$.

3.2. 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.

4 Требования безопасности

4.1 Эксплуатация спектрометров при поверке должна производиться в соответствии с требованиями "Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" ГОСТ 12.1.019-79.

4.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-81, ГОСТ 12.1.040-83, межотраслевыми правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00. Оборудование, применяемое при испытаниях, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-74. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-76 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5 Требования к квалификации поверителей и требования безопасности

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации на спектрометры;
- имеющие навык работы в химической или биохимической лаборатории;
- имеющие опыт работы со спектральными приборами;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00.

6 Условия поверки

6.1 При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|------------|
| - температура окружающей среды, °C | 20 ± 5 |
| - относительная влажность воздуха, % | 20 - 80 |
| - атмосферное давление, кПа | 84 – 106,7 |
| - напряжение питания переменного тока, В | 220 ± 22 |

- при частоте, Гц

50 ± 1

6.2 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.

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

6.4 На территории, выбранной для эксплуатации спектрометра, должны отсутствовать сквозняки, коррозионные атмосферы и вибрация. Зоны для подготовки проб и хранения материалов следует располагать в отдельном помещении.

7 Подготовка к поверке

7.1 Расположить спектрометр вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры. Для обслуживания и доступа к прибору, а также чтобы обеспечить удобное закрепление и приложение шлангов высокого давления необходимо оставить не менее 200 мм свободного места сзади.

7.2 Изучить инструкцию по эксплуатации на спектрометр.

7.3 Перед пуском прибора необходимо удалить транспортировочные предохранители функциональных узлов.

7.4 Произвести установку распылителя, головки горелки, столика для проб и ламп излучателя линейного спектра.

7.5 Провести юстировку ламп и подключить их к источнику питания.

7.6 Провести подсоединение газопроводов. Для этого с баллонов со сжатым газом отвинчиваются защитные колпаки и вентили на баллонах кратковременно открываются для удаления возможно прилипших загрязнений. После этого на газовый баллон навинчивается редуктор давления и шланги высокого давления привинчиваются к выходу ступени редуктора давления и к входу в прибор.

7.7 Для проверки герметичности соединения газопроводов их необходимо держать под давлением в течение 10 минут. При этом давление газа, показываемое манометром не должно падать.

7.8 Подключить спектрометр к электрической сети питания 220В.

7.9 Установить дренажную систему.

7.10 Из государственных стандартных образцов, указанных в таблице 3, в соответствии с прилагаемой к ним инструкцией и приложением А к настоящей программе испытаний, готовятся аттестованные растворы с указанными массовыми концентрациями веществ.

Таблица 3

Элемент	Концентрация аттестованных растворов	
	Пламенная атомизация, мг/дм ³	Электротермическая атомизация, мкг/дм ³
Cd	0,25; 0,5; 1,0 ; 1,5	0,5; 1,0 ; 1,5; 2,0
Cu	0,25; 1,0; 2,0 ; 5,0	20,0; 40,0; 60,0 ; 80,0

* Концентрации контрольных растворов выделены жирным шрифтом.

**В режиме электротермической атомизации, для Cd используется химическим модификатор Pd. Объем модификатора на 1000 мкл пробы, составляет 2 мкл конц. 10 г/дм³.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей спектрометр;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, сохранность пломб, чистоту разъемов;
- состояние соединительных кабелей.

8.1.2 Спектрометр считается прошедшим поверку, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Все действия с спектрометром осуществляются только в соответствии с его техническим описанием и техническим руководством.

8.2.2 Если это не выполнено ранее, перед поверкой должны быть выполнены следующие операции:

- запустить программное обеспечение AAWinAA2, с персонального компьютера;
- включить подачу газов;
- включить питание от сети переменного тока и сетевые тумблеры на спектрометре;
- подготовить контрольные растворы.

8.2.3 Спектрометры признаются прошедшими поверку, если они соответствуют требованиям Руководства по эксплуатации.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Спектрометры признаются прошедшими поверку, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма метрологической значимой части ПО)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
«AAWin 2»	AAWin 2	2.0 и выше	-	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона измерений

8.4.1.1 Определение спектрального диапазона заключается в поочередной настройке спектрометра для определения следующих элементов:

Таблица 5

Элемент	Длина волны, нм
As	193,7
Zn	213,9
Cd	228,8
Cu	324,7
Na	589,6
Li	670,8

8.4.1.2 В случае отсутствия спектральных ламп для определения щелочных элементов, допускается использовать для проверки спектрального диапазона эмиссионные линии соответствующих элементов в пламени ацетилен-воздух.

8.4.1.3 Допускается совмещение процедуры проверки спектрального диапазона с процедурой опробования спектрометра.

8.4.1.4 Спектрометр считается прошедшим поверку, если он может быть настроен для определения всех перечисленных элементов.

8.4.2 Определение предела допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности

8.4.2.1 Определение предела допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности в режиме электротермической атомизации.

8.4.2.2 В соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра, выбрать в меню и установить последовательно измерениям, параметры для кадмия и меди. Аналитические длины волн, указаны в таблице 6.

Таблица 6

	Измеряемый элемент	
	Cd	Cu
Длина волны, нм	228,8	324,7

8.4.2.3 Провести отжиг печи без ввода пробы (5 циклов атомизации) с целью устранения возможного загрязнения.

8.4.2.4 Провести градуировку спектрометра, концентрации градуировочных растворов представлены в таблице 3. Число измерений градуировочного раствора $n=3$. Объем дозирования 10 мм^3 .

8.4.2.5 Произвести измерение контрольных растворов. Число измерений $n=10$. Объем дозирования 10 мм^3 .

8.4.2.6 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных концентраций для всех элементов по формуле 1:

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

где n – число измерений;

C_i – результат i -го измерения концентрации, мкг/дм^3 .

8.4.2.7 Стандартное среднеквадратическое отклонение (σ) вычисляется по формуле 2:

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

8.4.2.8 Относительное СКО случайной составляющей погрешности S , выраженное в % вычисляется по формуле 3:

$$S = \frac{100 \times \sigma}{\bar{C}}, \quad (3)$$

8.4.2.9 Определение предела допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности в режиме пламенной атомизации.

8.4.2.10 В соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра, выбрать в меню и установить последовательно измерениям, параметры для кадмия и меди. Аналитические длины волн, указаны в таблице 6.

8.4.2.11 При анализе, используется пламя ацетилен/воздух.

8.4.2.12 Произвести распыление фонового раствора, в течении 5 мин, для прогрева горелки и устранения возможного загрязнения.

8.4.2.13 Провести градуировку спектрометра, концентрации градуировочных растворов представлены в таблице 2. Число измерений градуировочного раствора $n=3$.

8.4.2.14 Произвести измерение контрольных растворов. Число измерений $n=10$. Время интегрирования 10 мин.

8.4.2.15 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных концентраций для всех элементов по формуле 1.

8.4.2.16 Рассчитать стандартное среднеквадратическое отклонение (σ), по формуле 2.

8.4.2.17 Рассчитать относительное СКО случайной составляющей погрешности S , выраженное в %, в по формуле 3.

8.4.2.18 Спектрометр считается прошедшим поверку, если полученное значение S не превышает:

- пламенная атомизация - 2%;
- электротермическая атомизация – 6%.

8.4.3 Определение предела допустимой систематической составляющей погрешности

8.4.3.1 Определение предела допустимой систематической составляющей погрешности в режиме электротермической атомизации.

8.4.3.2 Используя методы анализа созданные в п. 8.4.2 проводим калибровку спектрометра, аналогично и выполняем повторное 10-ти кратное измерение контрольного раствора.

8.4.3.3 Систематическая погрешность спектрометра вычисляется по формуле 4.

$$\Delta = \frac{\bar{C} - C_0}{C_0} \times 100 \quad (4)$$

где C_0 - концентрации контрольного раствора, мкг/дм^3 .

8.4.3.4 Определение предела допустимой систематической составляющей погрешности в режиме пламенной атомизации.

8.4.3.5 Используя методы анализа созданные в п. 8.4.2 проводим калибровку спектрометра, аналогично и выполняем повторное 10-ти кратное измерение контрольного раствора.

8.4.3.6 Систематическая погрешность спектрометра, рассчитать по формуле 4.

8.4.3.7 Спектрометр считается прошедшим поверку, если полученное значение Δ не превышает:

- пламенная атомизация $\pm 5\%$;
- электротермическая атомизация $\pm 5\%$.

8.4.4 Определение пределов обнаружения элементов (по критерию 3σ)

8.4.4.1 Определение предела обнаружения (по критерию 3σ) в режиме электротермической атомизации.

8.4.4.2 Используя калибровочные данные, для каждого элемента, созданные в п. 8.4.2, произвести 10-ти кратное измерение в качестве контрольного раствора, деионизированную воду. Объем дозирования 10 мм^3 .

8.4.4.3 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных концентраций для деионизированной воды по формуле 1.

8.4.4.4 Рассчитать стандартное среднеквадратическое отклонение (σ), по формуле 2.

8.4.4.5 Предел обнаружения элемента, $C_{пр}$ вычисляется по формуле 5:

$$C_{\text{гд}} = 3 \cdot \sigma_w \quad (5)$$

где σ_w - стандартное среднее квадратическое отклонение, мкг/дм^3 .

8.4.4.6 Определение предела обнаружения (по критерию 3σ) в режиме пламенной атомизации.

8.4.4.7 Используя калибровочные данные, для каждого элемента, созданные в п. 8.4.2, произвести 10-ти кратное измерение 0,1М раствора азотной кислоты, в качестве контрольного раствора.

8.4.4.8 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных концентраций для 0,1М раствора азотной кислоты по формуле 1.

8.4.4.9 Рассчитать стандартное среднее квадратическое отклонение (σ), по формуле 2.

8.4.4.10 Предел обнаружения элемента, $C_{\text{пр}}$ вычисляется по формуле 4.

8.4.4.11 Спектрометр считается выдержавшим испытания, если полученное значение $C_{\text{пр}}$ не превышает:

- пламенная атомизация $0,07 \text{ мг/дм}^3$;
- электротермическая атомизация $0,07 \text{ мкг/дм}^3$;

9 Оформление результатов поверки

9.1 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. 8.4.1 - 8.4.4 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 спектрометр допускают к эксплуатации.

9.2 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 ПР 50.2.006-94.

Начальника отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Н.В. Никитин

Т. Н. Ссыпных

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки МП 95.Д4-12
«Спектрометры атомно-абсорбционные А-2»

ПРОТОКОЛ

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

Средство измерений: Спектрометр атомно-абсорбционные А-2
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 № МП 95.Д4-12 утвержденной ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИОФИ» «25» декабря 2012г.
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 окружающего воздуха, °C 24±2;
- относительная влажность, % 35-85;
- атмосферное давление, кПа 97;
- напряжение сети переменного тока, В (100 - 240) ± 10 %;
- с частотой, Гц 50/60

Получены результаты поверки метрологических характеристик

Характеристика	Результат	Требования технической документации
Спектральный диапазон измерений		
Предел допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности		
Допустимая систематическая составляющая погрешность		
Пределы обнаружения элементов (по критерию 3σ)		

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

Исполнители: _____
_____ подписи, ФИО, должность

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ
КАДМИЯ И МЕДИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ**
ГСО 7773-2000, ГСО 7764-2000

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов ионов кадмия и меди на основе разбавления ГСО 7773-2000, ГСО 7764-2000. Аттестованные растворы ионов кадмия и меди предназначены для поверки спектрометра атомно-абсорбционного А-2. Аттестованное значение концентрации ионов кадмия в растворах находится в диапазоне от 0,25 мг/дм³ до 1,5 мг/дм³ (пламенная атомизация) и от 0,5 мкг/дм³ до 2,0 мкг/дм³ (электротермическая атомизация). Аттестованное значение концентрации ионов меди в растворах находится в диапазоне от 0,25 мг/дм³ до 5,0 мг/дм³ (пламенная атомизация) и от 20,0 мкг/дм³ до 80,0 мкг/дм³ (электротермическая атомизация).

А.2 Нормы и погрешности

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

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение аттестованных растворов ионов кадмия и меди с погрешностью аттестованных значений 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, класс точности специальный (1) по ГОСТ 24104-2001

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74

А.3.3 1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-20-200» с варьируемым объемом дозирования 20-200 мм³, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm[1,5+0,0028(20-V_T)]$ %, предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,8+0,0003(100-V_T)]$ %, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мм³;

1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-100-1000» с варьируемым объемом дозирования 100-1000 мм³, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm[1,0+0,0004(100-V_T)]$ %, предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,8+0,0003(100-V_T)]$ %, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мм³;

1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-500-5000» с варьируемым объемом дозирования 500-5000 мм³, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,7+0,00007(500-V_T)]$ %, предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,6+0,00007(500-V_T)]$ %, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мм³;

Или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-9, 29228-91.

А.3.4 ГСО 7773-2000, ГСО 7764-2000.

А.3.5 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

А.3.5 Деионизированная вода.

А 3.6 Кислота азотная квалификации Х.Ч по ГОСТ 4461-77. Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

А.3.7 Палладий металлический, порошок (99,94%) по ГОСТ 14836. Палладий в порошке. Технические условия.

А.4 Требования безопасности

А 4.1 Применение ГСО 7773-2000, ГСО 7764-2000 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

А 4.2 Азотная кислота при непосредственном контакте с кожей вызывает ожоги. Дым, содержащий азотную кислоту, раздражает дыхательные пути, вызывает разрушение зубов, конъюнктивиты. При работе с препаратом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки, спецодежда), а также соблюдать правила личной гигиены. Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Работы с азотной кислотой следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

А.5 Требования к квалификации оператора

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

А.6 Условия приготовления аттестованных растворов ионов кадмия, меди и цинка

А.6.1 Приготовление аттестованных растворов ионов кадмия, меди и цинка проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха 20 ± 5 , °С
- атмосферное давление 96 - 104, кПа
- относительная влажность воздуха 60 ± 15 , %

А.6.2 Приготовленные аттестованные растворы ионов кадмия и меди следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при температуре 20 ± 2 °С, вдали от прямых солнечных лучей. Растворы ионов кадмия, меди и цинка устойчивы в течение 2 недель.

А.7 Приготовление аттестованных растворов ионов кадмия и меди

А.7.1 Для пламенной атомизации.

Приготовление 0,1М раствора азотной кислоты. В мерную колбу, вместимостью 1000 см³, перенести 6,5 см³ азотной кислоты и довести до метки дистиллированной/деионизированной водой.

Из раствора с концентрацией ионов кадмия 1мг/см³ (ГСО 7773-2000) отбирают аликвоты в 0,025 см³; 0,05 см³; 0,1 см³; 0,15 см³ и переносят в мерные колбы на 100 см³. Колбы доводят 0,1М раствором азотной кислотой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов кадмия 0,25 мг/дм³; 0,5 мг/дм³; 1,0 мг/дм³ и 1,5 мг/дм³, соответственно.

Из раствора с концентрацией ионов меди 1 мг/см³ (ГСО 7764-2000) отбирают аликвоты в 0,025 см³; 0,1 см³; 0,20 см³; 0,50 см³ и переносят в мерные колбы на 100 см³. Колбы доводят 0,1М раствором азотной кислотой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов кадмия 0,25 мг/дм³; 1,0 мг/дм³; 2,0 мг/дм³ и 5,0 мг/дм³, соответственно.

А.7.2 Для электротермической атомизации.

Из раствора с концентрацией ионов кадмия 1 мг/см^3 (ГСО 7773-2000) отобрать аликвоту $0,1 \text{ см}^3$ и перенести в мерную колбу на 100 см^3 . Колбу довести $0,1\text{М}$ раствором азотной кислоты до метки и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов кадмия $1,0 \text{ мг/дм}^3$.

Из раствора с концентрацией ионов кадмия $1,0 \text{ мг/дм}^3$ отбирают аликвоты в $0,05 \text{ см}^3$; $0,20 \text{ см}^3$; $0,40 \text{ см}^3$; $0,60 \text{ см}^3$ и переносят в мерные колбы на 100 см^3 . Колбы доводят деионизированной водой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов кадмия $0,5 \text{ мкг/дм}^3$; $1,0 \text{ мкг/дм}^3$; $2,0 \text{ мкг/дм}^3$ и $2,0 \text{ мкг/дм}^3$, соответственно.

Из раствора с концентрацией ионов меди 1 мг/см^3 (ГСО 7764-2000) отобрать аликвоту $1,0 \text{ см}^3$ и перенести в мерную колбу на 100 см^3 . Колбу довести деионизированной водой до метки и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов меди $10,0 \text{ мг/дм}^3$.

Из раствора с концентрацией ионов меди $10,0 \text{ мг/дм}^3$ отбирают аликвоты в $0,20 \text{ см}^3$; $0,40 \text{ см}^3$; $0,60 \text{ см}^3$; $0,80 \text{ см}^3$ и переносят в мерные колбы на 100 см^3 . Колбы доводят деионизированной водой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов меди $20,0 \text{ мкг/дм}^3$; $40,0 \text{ мкг/дм}^3$; $60,0 \text{ мкг/дм}^3$ и $80,0 \text{ мкг/дм}^3$, соответственно.

А. 7.2.1 Приготовление раствора палладия с массовой концентрацией 10 мг/см^3

Навеску $1,00 \text{ г}$ металлического палладия помещают в термостойкий стакан, вместимостью 100 см^3 , добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплите с закрытой спиралью до полного растворения металла. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем до метки $0,1\text{М}$ раствором азотной кислоты и перемешивают. Допускается использовать коммерческий палладиевый модификатор для атомно-абсорбционной спектроскопии с концентрацией 10 г/дм^3 .

А.8 Оценка метрологических характеристик аттестованных растворов ионов кадмия, меди и цинка

А.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности аттестованного значения массовой концентрации ионов кадмия и меди (ΔA) в аттестованных растворах, рассчитывают по формуле (1):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100 \quad (1)$$

где δ - относительная погрешность приготовления аттестованных растворов, рассчитываемая по формуле (2):

X - концентрация приготовленных растворов;

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}, \quad (2)$$

А.8.2 Относительная погрешность приготовления аттестованных растворов рассчитывается по формулам 3 и 4:

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \% \quad (3)$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \% \quad (4)$$

где ΔV_k - погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы, см^3 ;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора;

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мм^3 .

А.9 Оформление результатов

А.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных аттестованных растворов ионов кадмия и меди для пламенной атомизации, приведены в таблицах 1, 2.

Таблица 1 – Метрологические характеристики аттестованных растворов ионов кадмия (пламенная атомизация)

№ аттестованного раствора	Концентрация раствора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного значения растворов ионов бария, ΔА, мг/дм ³
1	0,25	0,0037
2	0,50	0,0071
3	1,00	0,0129
4	1,50	0,0173

Таблица 2 – Метрологические характеристики аттестованных растворов ионов меди (пламенная атомизация)

№ аттестованного раствора	Концентрация раствора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного значения растворов ионов марганца, ΔА, мг/дм ³
1	0,25	0,0037
2	1,00	0,0129
3	2,00	0,0196
4	5,00	0,0431

А.9.2 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных аттестованных растворов ионов кадмия и меди для электротермической атомизации, приведены в таблицах 3, 4.

Таблица 3 – Метрологические характеристики аттестованных растворов ионов кадмия (электротермическая атомизация)

№ аттестованного раствора	Концентрация раствора, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного значения растворов ионов бария, ΔА, мкг/дм ³
1	1000,0	0,0129
2	0,5	0,0071
3	1,0	0,0129
4	1,5	0,0173
5	2,0	0,0196

Таблица 4 – Метрологические характеристики аттестованных растворов ионов меди (электротермическая атомизация)

№ аттестованного раствора	Концентрация раствора, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного значения растворов ионов марганца, ΔА, мкг/дм ³
1	10000,0	69,4300
2	20,0	0,1962
3	40,0	0,3608
4	60,0	0,4950
5	80,0	0,5976