

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по производству

ФГУП «ВНИИОФИ»

Р.А. Родин

«24» апреля 2018г



Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры атомно-абсорбционные
моделей SavantAA, SavantAA Σ , SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA
Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 128.Д4-13

с Изменением №1

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«24» апреля 2018г

Москва
2018 г.

1 Введение

Настоящая методика распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные моделей SavantAA, SavantAA Σ , SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G (далее по тексту – спектрометры), предназначенные для качественного и количественного элементного анализа жидких проб различного происхождения и состава, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между периодическими поверками 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции выполнения поверок

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции при поверке	
			Первичной	Периодической
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 чувствительности (характеристической концентрации элементов)*	8.4.1	Да	Да
6	Определение чувствительности (характеристической массы элементов) при объемах дозирования 20 мкл**	8.4.2	Да	Да
7	Определение пределов обнаружения элементов (по критерию 3 σ)	8.4.3	Да	Да
8	Определение предела допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элемента	8.4.4	Да	Да
9	Определение пределов допустимой систематической составляющей погрешности при измерении концентрации элемента	8.4.5	Да	Да
* проводится для спектрометров SavantAA, SavantAA Σ , SensAA, SensAA Dual, XplorAA и спектрометров с гидридной приставкой				
** проводится для спектрометров SavantAA Zeeman, SensAA Dual G, XplorAA G				

Изменение №1

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

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

3 Средства поверки

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

Таблица 2- Наименование средств поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1 – 8.4.6	Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Cu (ГСО 7764-2000), Zn (ГСО 7770-2000), Pb (ГСО 7778-2000), Hg (ГСО 7343-96), As (ГСО 7344-96). Массовая концентрация ионов металлов Cu, Zn, Pb, Hg составляет 1,0 мг/см ³ , As 0,1 мг/см ³ . Относительная погрешность определения концентрации элемента $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$

Изменение №1

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83. Средства измерений, применяемые при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4.2 Спектрометры, должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях. Баллоны с газами предпочтительно устанавливать вне рабочего помещения. Если это невозможно, то рабочее помещение обязательно должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией. Закрывайте вентили баллонов на ночь и перекрывайте сливные линии. Периодически проверяйте подводящие шланги и соединения на предмет отсутствия утечек газа.

4.3 Вентиляционные решетки в обшивке прибора, служат для проветривания прибора в рабочем состоянии, поэтому их нельзя закрывать или класть на них какие-либо предметы.

4.4 Избегать смотреть длительное время на горящую дейтериевую лампу, так как ультрафиолетовое излучение может привести к воспалению слизистой оболочки глаза. При работе всегда одевайте защитные очки.

4.5 При горении пламени, которое используется в спектрометрах, создаются высокая температура, пары и некоторые очень опасные и токсичные соединения от анализируемых образцов. Рекомендуются использовать системы экстракции отходящих газов, чтобы свести к минимуму риск для лабораторного персонала.

4.6 Контейнер для сброса использованных материалов должен быть пластиковым и открытым. При использовании органических растворителей удостоверьтесь в том, что пластмасса совместима с используемыми растворителями.

4.7 Огнеопасные образцы должны быть представлены в маленьких пузырьках с маленьким отверстием (таких, как мерная или маленькая пробирка объемом от 50 до

100 мл) при вводе с использованием капилляра распылителя образца. Держите образцы на удалении от пламени, настолько, насколько это возможно.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки, руководства и инструкции по эксплуатации спектрометров;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории;
- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды, °С	от 15 до 35
относительная влажность воздуха, %	от 20 до 80
атмосферное давление, кПа	от 87 до 104

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать 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. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

6.4 На территории, выбранной для проведения поверки спектрометров, должны отсутствовать интенсивные воздушные потоки. Зоны для подготовки проб и хранения материалов следует располагать в отдельном помещении.

7 Подготовка к поверке

7.1 Расположить спектрометры вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры.

7.2 Изучить руководство и инструкции по эксплуатации на спектрометры.

7.3 Провести подсоединение газопроводов, охлаждающего контура (электротермическая атомизация), подсоединение каналов для подачи вспомогательных растворов кислоты и восстановителя (гидридная приставка), в соответствии с руководством по эксплуатации. Обязательно произвести проверку герметичности соединения газопроводов (визуально и при помощи мыльного раствора). При измерении метрологических характеристик указанных в нормативно-технической документации для приборов, поставляемых по требованию заказчика с гидридной приставкой HG3000, её устанавливают на передней панели прибора в соответствии с руководством по эксплуатации.

Изменение №1

7.4 Проверить работоспособность вытяжной вентиляции;

7.5 Установить дренажную систему.

7.6 В турель спектрометра установить лампу с полым катодом из его комплекта, как указано в руководстве по эксплуатации;

7.7 Подключить спектрометры к электрической сети питания 220 В.

7.8 В случае управления спектрометра с внешнего ПК, включить ПК и запустить предустановленное программное обеспечение GBC SavantAA.

7.9 Подготовить растворы меди, цинка, свинца, ртути, мышьяка на основе разбавления ГСО 7764-2000, ГСО 7770-2000, ГСО 7778-2000, ГСО 7343-96, ГСО 7344-96 с массовыми концентрациями, указанными в таблице 3, в соответствии приложением Б настоящей методики поверки.

Таблица 3 - Концентрация растворов

Элемент	Концентрация растворов		
	Пламенная атомизация, мг/ дм ³	Электротермическая атомизация, мкг/дм ³	Гидридная приставка HG3000, мкг/дм ³
Cu	0,5; 1,0 ; 1,5; 2,0	2,5; 5,0 ; 7,5; 10,0	-
Zn	0,25; 0,5; 0,75 1,0	-	-
Pb	-	10,0; 20,0; 30,0 ; 40,0	-
Hg	-	-	0,5; 2,0 ; 5,0; 10,0 ; 15,0
As	-	-	1,0; 2,0 ; 5,0; 10,0 ; 15,0
Концентрации контрольных растворов выделены жирным шрифтом			

Изменение №1

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 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Включите спектрометр путем нажатия на клавишу ON/OFF на передней панели устройства.

8.2.2 Запустите программное обеспечение двойным щелчком левой кнопки мыши на значке «GBC», а затем щелкните правой кнопкой мыши на значке «Instrument». Щелкните правой кнопкой мыши и выберите «Properties», а затем «Hardware Setup». На открывшемся экране выберите требуемую операционную модель, принадлежности, назначения и опции коммуникации. Чтобы выбрать модель прибора, щелкните на вкладке «Model», выберите необходимую модель спектрометра и нажмите на кнопку «Apply» (см. рисунок 1).

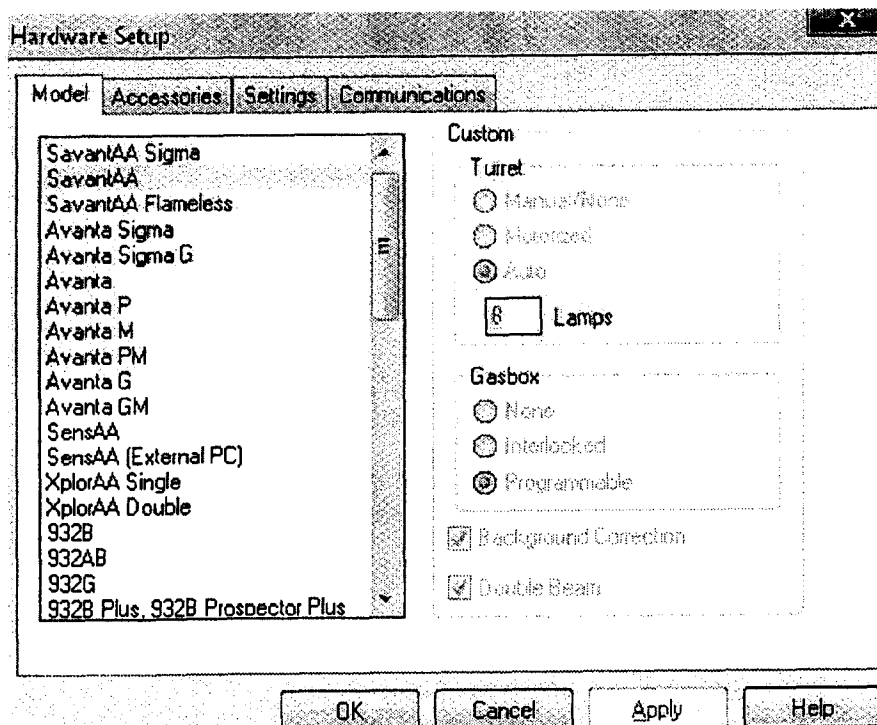


Рисунок 1

Затем выберите все необходимые опции в закладке «Accessories», как указано на рисунке 2 и нажмите клавишу «OK».

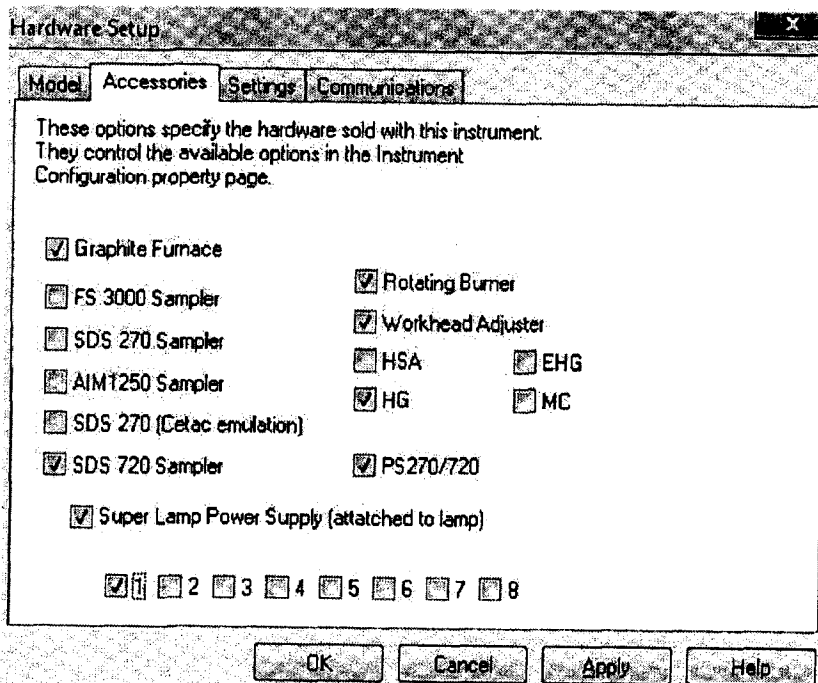


Рисунок 2

Позицию установок «Setting» оставить в соответствии с её настройками по умолчанию.

8.2.3 Вернитесь к окну «Properties» и выберите «Instrument Properties». На странице «Configuration» произвести установку устройства для требуемого анализа с использованием пламени «Flame» или печи «Furnace». При выборе кнопки «Flame» убедитесь, что на той же странице в разделе «Accessories» выберете кнопку «No Sampler», так как этот анализ выполняется вручную без использования автосемплера. Щелкните на кнопку «OK» (см. рисунок 3).

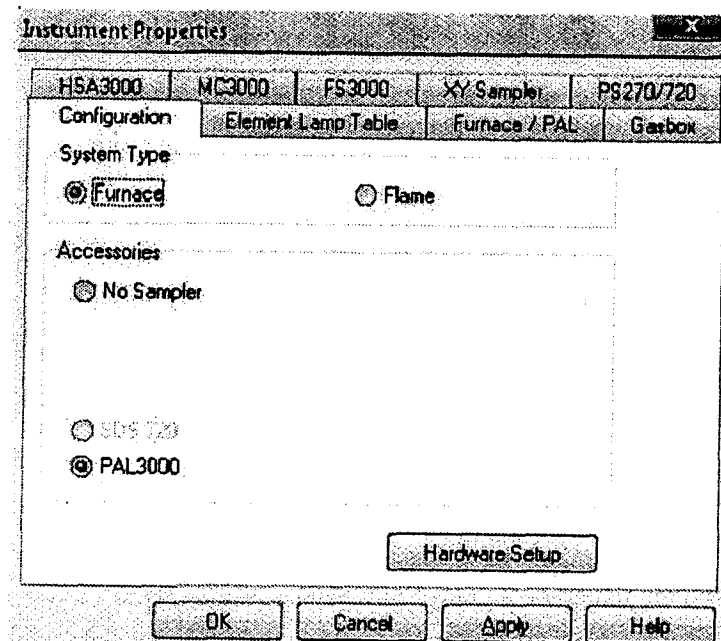


Рисунок 3

8.2.4 Щелкните левой кнопкой мыши на изображении инструмента, на экране отобразится модель спектрометра, которая используется для проведения анализа (см. рисунок 4).

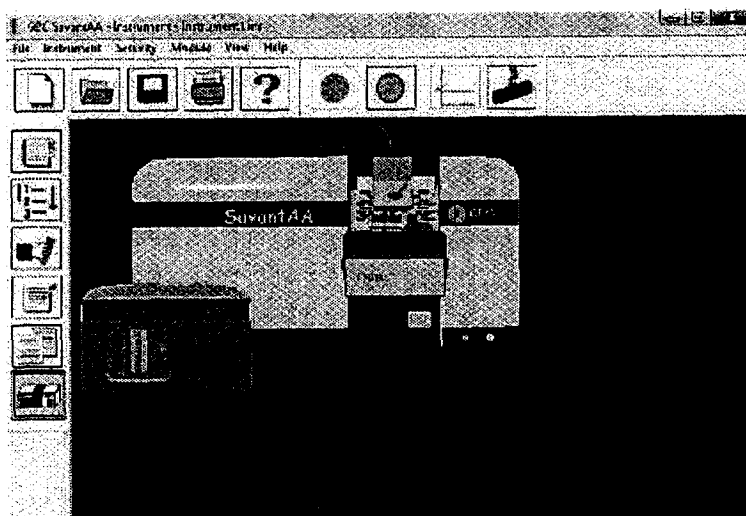


Рисунок 4

8.2.5 Для спектрометров SavantAA, SavantAA Σ , SensAA, SensAA Dual и XplorAA установить в турель лампу с полым медным/цинковым катодом (Cu/Zn) из их комплекта.



Нажать на кнопку «Method» . На странице описания «Description» нажать кнопку



со стрелкой рядом с полем «Element», открыть периодическую таблицу элементов «Element Lamp Table» и выбрать «Cu»/«Zn» для той позиции, в которую была установлена лампа в спектрометр, нажать кнопку «OK». Открывается окно «Instrument», где устанавливают параметры измерений ламп Cu/Zn: ток лампы 4/5 мА; длина волны 324,7/213,9 нм; ширина щели 0,5 нм. Щелкните на поле «Background Correction», чтобы скорректировать положение фоновой линии.

Изменение №1

Откройте вкладку «Measurement», выберите пункт «Integration» для перехода в режим измерений. В открывшемся диалоговом окне установите время достижения равновесия «Time Constant» 0,05 сек, количество повторов измерений «Replicates» 3.

Откройте вкладку «Calibration», выберите режим калибровки концентрации методом наименьших квадратов «Calibration Mode» - «Conc Least Squares», размерность представления данных «Conc Units» мкг/мл. Введите 2 в поле для указания десятичных единиц. Выберите функцию установки нуля перед калибровкой «Zero Before Calibration». В течение нескольких минут спектрометр автоматически производит настройки пика. Затем на дисплее в строке состояния в нижней части экрана появляется сообщение о готовности спектрометра к измерениям «Instrument ready» (см. рисунок 5).

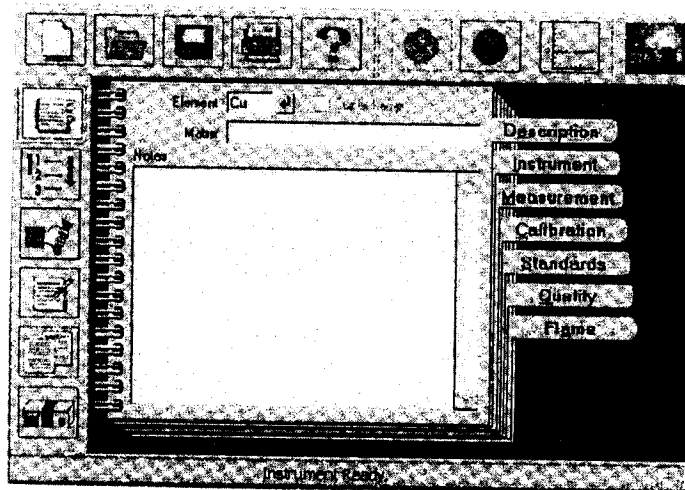


Рисунок 5

8.2.6 Для спектрометров SavantAA Zeeman, SensAA Dual G, XplorAA G установить в турель лампу с полым свинцовым катодом (Pb) из их комплекта.

Повторить действия по выбору элемента из периодической таблицы для Pb, в соответствии с пунктом 8.2.5 настоящей методики поверки. Во вкладке «Instrument» установлены параметры измерений для Pb: ток лампы 4 мА, длина волны 217,0 нм, ширина спектральной щели 1,0 нм.

Повторить дальнейшие настройки в соответствии с пунктом 8.2.5 настоящей методики поверки.

8.2.7 Для спектрометров SavantAA, SavantAAΣ, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G установить в турель лампу с полым ртутным/мышьяковым катодом (Hg/As) из их состава. Повторить действия по выбору элемента из периодической таблицы для Hg/As, в соответствии с пунктом 8.2.5 настоящей методики поверки.

Во вкладке «Instrument» установить параметры измерений для Hg/As: ток лампы 3,0/8,0 мА, длина волны 253,70/193,76 нм; ширина спектральной щели 0,5/1,0 нм.

Повторить дальнейшие настройки в соответствии с пунктом 8.2.5 настоящей методики поверки.

Изменение №1

8.2.8 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если на дисплее в строке состояния появляется сообщение о готовности спектрометра к измерениям «Instrument ready».

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрометры.

Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения (ПО) спектрометров необходимо в рабочем окне зайти во вкладку «Help» - «About». На дисплее отобразится наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.4 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	GBC Savant
Номер версии (идентификационный номер) ПО	3.02
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	f065fc14beca99d0cedcfa7d76e40b9c
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение чувствительности (характеристической концентрации элементов)

8.4.1.1 Определение характеристических концентраций элементов Cu/Zn проводится на спектрометрах моделей SavantAA, SavantAAΣ, SensAA, SensAA Dual и XplorAA в режиме пламенной атомизации и элементов Hg/As на спектрометрах SavantAA, SavantAAΣ, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G с гидридной приставкой HG3000. Измерения элементов проводят на длинах волн, указанных в таблице 5.

Таблица 5 – Длины волн

Элемент	Длина волны, нм
Cu	324,7
Zn	213,9
Hg	253,7
As	193,76

Изменение №1

8.4.1.2 В соответствии с приложением Б настоящей методики поверки подготовить растворы Cu/Zn на основе ГСО с концентрациями указанными в таблице 3, в качестве фонового раствора для Cu, Zn используем деионизированную воду. В режиме пламенной атомизации растворы подаются по капилляру, подсоединённому к распылительной камере. Второй конец капилляра помещают непосредственно в колбу с раствором.

8.4.1.3 Для построения градуировочного графика, в режиме пламенной атомизации, в программном обеспечении GBC SavantAA необходимо произвести следующие настройки измерений:

- в меню “Method Properties” выбираем “Flame”;
- в меню “Method”, страница описания “Description” выбираем анализируемый элемент «Cu»/«Zn»;
- на странице описания “Instrument”, в окне “Wavelength (nm)” – устанавливаем 324,7/213,9 нм, в окне “Slit Width” 0,5 нм, в окне “Slit Height” – режим «Normal», режим “Background Correction” включен (стоит “галочка”);
- на странице описания “Measurement”, в окне “Measurement Mode” – устанавливаем “Integration”, в окне “Read Time” 10 сек, в окне “Replicates” 3;

- на странице описания "Calibration", в окне "Calibration Mode" – устанавливаем "Conc Least Squares", в окне "Conc. Units" – ppm. (1 ppm = 1 мг/дм³), включить режимы (поставить "галочку"): "Zero Before Calibration", "Measure Sample Blank After Cal." и "Auto Save Method After Cal.";
- на странице описания "Standards" – указываем последовательность измерения: «Blank», «Std 1» 0,5/0,25; «Std 2» 1,0/0,5; «Std 3» 1,5/0,75; «Std 4» 2,0/1,0;
- на странице описания "Flame", в окне "Flame Type" – устанавливаем "Air-Acetylene" (Ацетилен/Воздух), в окне "Fuel Flow (l/min)" 2,0; в окне "Air Flow (l/min)" 10,0.

Нажать зеленую кнопку  для запуска градуировки. По окончании измерений на экран выводится график градуировочной зависимости.

8.4.1.4 Открыть вкладку  в меню, на странице "Standards" – указываем концентрации измеряемых растворов: 1,0 мг/дм³ для Cu и 0,75 мг/дм³ для Zn. В окне "Measurement Mode" – устанавливаем "Integration", в окне "Read Time" 10 сек, в окне "Replicates" 10, нажать зеленую кнопку  для запуска измерений.

8.4.1.5 В соответствии с приложением Б настоящей методики поверки подготовить растворы Hg/As на основе ГСО с концентрациями указанными в таблице 3, в качестве фоновго раствора для As используем деионизированную воду, а для Hg раствор L-цистеина. В режиме гидридной приставки растворы подаются в по капилляру, подсоединённому к входу приставки, на котором написано «Sample». Второй конец капилляра помещают непосредственно в колбу с раствором.

Для построения градуировочного графика, в режиме гидридной приставки HG3000, в программном обеспечении GBC Savant необходимо произвести следующие настройки измерений:

- в меню "Method Properties" выбираем "Flame", "HG" и "EHG" (при наличии электрической печи);
- в меню "Method", страница описания "Description" выбираем анализируемый элемент Hg/As;
- на странице описания "Instrument", в окне "Wavelength (nm)" – устанавливаем 253,70/193,76 нм, в окне "Slit Width" 0,5/1,0 нм, в окне "Slit Height" – режим «Normal», режим "Background Correction" включен (стоит "галочка");
- на странице описания "Measurement", в окне "Measurement Mode" – устанавливаем "Integration", в окне "Read Time" 15 сек; в окне "Time Constant" 0,50; в окне "Replicates" 3;
- на странице описания "Calibration", в окне "Calibration Mode" – устанавливаем "Conc Least Squares", в окне "Conc. Units" ppb. (1 ppb = 1 мкг/дм³), в окне "Conc. Decimal Places" 3, включить режимы (поставить "галочку"): "Zero Before Calibration", "Measure Sample Blank After Cal." и "Auto Save Method After Cal.";
- на странице описания "Standards" – указываем последовательность измерения: «Std 1» 0,5; «Std 2» 2,0; «Std 3» 5,0; «Std 4» 10,0; «Std 5» 15,0.

Нажать зеленую кнопку  для запуска градуировки. По окончании измерений на экран выводится график градуировочной зависимости.

Изменение №1

8.4.1.6 Открыть вкладку  в меню, на странице "Standards" – указываем концентрации измеряемых растворов: 2,0 мкг/дм³ для Hg и 10,0 мкг/дм³ для As. В окне "Measurement Mode" – устанавливаем "Integration", в окне "Read Time" 10 сек, в окне "Replicates" 5, нажать зеленую кнопку  для запуска измерений.

Изменение №1

8.4.1.7 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных концентраций, $\bar{C}$, в мг/дм³ (для пламенной атомизации) или мкг/дм³ (для гидридной приставки), для всех измеренных элементов в п. 8.4.1.3 - 8.4.1.6 по формуле (1).

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

где C - концентрации контрольного раствора, мг/дм³ или мкг/дм³;

i – номер измерения;

n – количество измерений.

8.4.1.8 Рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности, $\bar{D}$, отн. ед., для всех элементов по формуле (2).

$$\bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n} \quad (2)$$

где D - оптическая плотность при измерении концентрации контрольного раствора, отн. ед.

8.4.1.9 Чувствительность (характеристическая концентрация), $C_{\text{хар}}$, мкг/дм³, определяемого элемента вычисляется по формуле (3).

$$C_{\text{хар}} = \frac{0,0044 \cdot \bar{C}}{\bar{D}} \quad (3)$$

8.4.1.10 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если значения чувствительности (характеристической концентрации) не превышают значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6 - Чувствительность (характеристическая концентрация)

Элемент	Значения чувствительности (характеристической концентрации), мкг/дм ³
Cu	100,0
Zn	80,0
Hg (закрытая ячейка)	0,4
As (открытая ячейка)	0,6

Изменение №1

8.4.2 Определение чувствительности (характеристической массы элементов) при объемах дозирования 20 мкл

8.4.2.1 Определение характеристических масс проводится для следующих элементов, представленных в таблице 7, на спектрометрах SavantAA Zeeman, SensAA Dual G и XplorAA G в режиме электротермической атомизации.

Таблица 7 – Длины волн Cu и Pb

Элемент	Длина волны, нм
Cu	324,7
Pb	217,0

8.4.2.2 В соответствии с приложением Б настоящей методики поверки подготовить растворы Cu/Pb на основе ГСО с концентрациями указанными в таблице 3, в качестве фонового раствора для используем деионизированную воду.



На рабочем экране ПО нажать кнопку  для проведения очистки графитовой печи. По окончании очистки на экране отображается сообщение о завершении цикла. Повторить действия 5 раз для проведения пяти циклов очистки.

8.4.2.3 Для построения калибровочного графика, в режиме электротермической атомизации, в программном обеспечении GBC SavantAA необходимо произвести следующие настройки измерений:

- в меню “Method Properties” выбираем “Furnace”;
- в меню “Method”, страница описания “Description” выбираем анализируемый элемент Cu/Pb;
- на странице описания “Instrument”, в окне “Wavelength (nm)” – устанавливаем 324,70/217,00 нм, в окне “Slit Width” 0,5/1,0 нм, в окне “Slit Height” – режим «Normal», режим “Background Correction” включен (стоит “галочка”);
- на странице описания “Measurement”, в окне “Measurement Mode” – устанавливаем “Peak Height”, в окне “Replicates” 3;

Изменение №1

- на странице описания “Calibration”, в окне “Calibration Mode” – устанавливаем “Conc Least Squares”, в окне “Conc. Units” – ppb (1 ppb = 1мкг/дм³), включить режимы (поставить “галочку”): “Zero Before Calibration”, “Measure Sample Blank After Cal.” и “Auto Save Method After Cal.”;
- на странице описания “Standards” – указываем последовательность измерения: «Blank», «Std 1» 2,5/10,0; «Std 2» 7,5/20,0; «Std 3» 10,0/40,0.

Изменение №1

Растворы подаются по капилляру, подсоединённому к распылительной камере. Второй конец капилляра помещают непосредственно в колбу с раствором.

Нажать зеленую кнопку  для запуска градуировки. По окончании измерений на экран выводится график градуировочной зависимости.

8.4.2.4 Открыть вкладку  в меню, на странице “Standards” – указываем концентрации измеряемых растворов: 5,0 мкг/дм³ для Cu и 30,0 мкг/дм³ для Pb. В окне “Measurement Mode” – устанавливаем “Integration”, в окне “Read Time” 10 сек, в окне “Replicates” 10, нажать зеленую кнопку  для запуска измерений.

Изменение №1

8.4.2.5 Рассчитать среднее арифметическое значение концентраций для измеренных элементов Cu/Pb в п. 8.4.2.4 настоящей методики поверки по формуле (1).

8.4.2.6 Рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности для Cu/Pb по формуле (2).

8.4.2.7 Чувствительность (характеристическая концентрация, $C_{\text{хар}}$, мкг/дм³) измеренных элементов Cu/Pb вычисляют по формуле (3).

8.4.2.8 Характеристическая масса, $m_{\text{хар}}$, пг, измеренных элементов Cu/Pb вычисляют по формуле (4).

$$m_{\text{хар}} = C_{\text{хар}} \cdot 20 \quad (4)$$

8.4.2.9 Спектрометры считаются прошедшими операции поверки, если измеренные значения чувствительности (характеристической массы) не превышают значений, указанных в таблице 8.

Таблица 8 - Значения чувствительности (характеристической массы)

Элемент	Значения чувствительности (характеристической массы), пг
Cu	7
Pb	14

8.4.3 Определение пределов обнаружения элементов (по критерию 3σ)

8.4.3.1 Определение предела обнаружения для спектрометров проводится для меди, ртути и мышьяка.

Провести измерения оптической плотности Cu аналогично п. 8.4.2.3, 8.4.2.4, а Hg и As аналогично п. 8.4.1.5, 8.4.1.6. В качестве контрольного раствора для Cu, As используем деионизированную воду, а для Hg раствор L-цистеина. Растворы подаются по капилляру, подсоединённому к распылительной камере. Второй конец капилляра помещают непосредственно в колбу с раствором.

Изменение №1

8.4.3.2 Рассчитывается среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности контрольного раствора, $\bar{D}_{к.р}$, отн. ед., по формуле (5):

$$\bar{D}_{к.р} = \frac{\sum_{i=1}^n D_{ик.р}}{n}, \quad (5)$$

где $D_{к.р}$ - значений оптической плотности контрольного раствора, отн. ед.

8.4.3.3 Стандартное отклонение среднего арифметического значения оптической плотности контрольного раствора, σ_w , отн. ед., вычисляется по формуле (6):

$$\sigma_{к.р} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{ик.р} - \bar{D}_{к.р})^2}{(n-1)}} \quad (6)$$

8.4.3.4 Предел обнаружения элемента, C_{np} , мкг/дм³, вычисляется по формуле (7):

$$C_{np} = \frac{1}{0,0044} \cdot 3 \cdot \sigma_{к.р} \cdot C_{хар} \quad (7)$$

8.4.3.5 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если рассчитанные пределы обнаружения не превышают:

- для пламенного атомизатора 40,00 мкг/дм³;
- для электротермического атомизатора 0,40 мкг/дм³;
- для спектрометров с гидридной приставкой HG3000:
 - для ртути 0,05 мкг/дм³
 - для мышьяка 0,15 мкг/дм³

Изменение №1

8.4.4 Определение предела допустимого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элемента

8.4.4.1 Стандартное среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элемента, σ , мг/дм³ (для пламенной

атомизации) или мкг/дм³ (для электротермической атомизации и гидридной приставки), вычисляется по формуле (8).

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}}, \quad (8)$$

где C - концентрации контрольного раствора, мг/ дм³ или мкг/дм³;;

i – номер измерения;

$\bar{C}$ - среднее арифметическое значение измеренных концентраций, мг/ дм³ или мкг/дм³;

n – количество измерений.

8.4.4.2 Относительное СКО случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элемента, S , %, вычисляется по формуле (9).

$$S = \frac{100 \cdot \sigma}{\bar{C}} \quad (9)$$

8.4.4.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения (СКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элемента не превышают:

- для спектрометров с пламенной атомизацией 5 %;
- для спектрометров с электротермической атомизацией 8 %;
- для спектрометров с гидридной приставкой HG3000 12 %

Изменение №1

8.4.5 Определение пределов допустимой систематической составляющей погрешности при измерении концентрации элемента

8.4.5.1 Определение пределов допустимой систематической составляющей погрешности при измерении концентрации элемента спектрометров проводится для Cu, Hg, As.

Проводят измерение пределов допустимой систематической составляющей погрешности при измерении концентрации элемента Cu аналогично пп. с 8.4.1.3 по 8.4.1.4 (для пламенной атомизации) и пп. с 8.4.2.3 по 8.4.2.5 (для электротермической атомизации), а Hg и As аналогично пп. с 8.4.1.5 по 8.4.1.7. В качестве фонового раствора для Cu, As используется деионизированная вода, а для Hg раствор L-цистеина. Растворы подаются по капилляру, подсоединённому к распылительной камере. Второй конец капилляра помещают непосредственно в колбу с раствором.

Изменение №1

8.4.5.2 Пределы допустимой систематической погрешности спектрометров при измерении концентрации элемента, %, вычисляются по формуле (10).

$$\Delta = \frac{\bar{C} - C_0}{C_0} \cdot 100, \quad (10)$$

где C_0 - концентрации контрольного раствора, мг/ дм³ или мкг/дм³.

8.4.5.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученное значение пределов допустимой систематической составляющей погрешности при измерении концентрации элемента не превышает ± 20 %.

Изменение №1

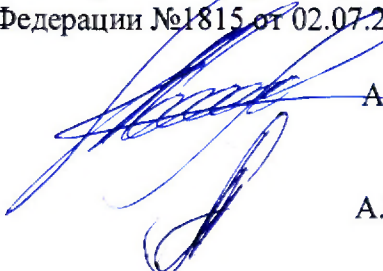
9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 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 02.07.2015.

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»


В.А. Кормилицын

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(Обязательное)

к Методике поверки «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные моделей SavantAA, SavantAA Σ , SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G»

ПРОТОКОЛ**первичной / периодической поверки**

от «_____» _____ 201__ года

Средство измерений: Спектрометры атомно-абсорбционные моделей SavantAA,

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

SavantAA Σ , SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G

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 «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные моделей SavantAA, SavantAA Σ , SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G. Методика поверки МП128.Д4-13 с Изменением №1», утвержденной ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИОФИ» 29 июля 2013 года.

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
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Чувствительность (характеристические концентрации элементов), мкг/дм ³ , не более: - медь* - цинк* - ртуть*** - мышьяк***		100 80 0,4 0,6
Чувствительность (характеристическая масса элементов) при объеме дозирования 20 мкл**, пг, не более: - медь - свинец		7 14
Пределы обнаружения элементов (по критерию 3 σ), мкг/дм ³ , не более: - медь (λ = 324,7 нм) - ртуть (λ = 194,23 нм) - мышьяк (λ = 234,98 нм)		40,0*; 0,40** 0,05*** 0,15***

Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элемента, %		5,0*; 8,0**; 12,0***
Пределы допускаемой систематической составляющей погрешности при измерении концентрации элемента, %		± 20
* для спектрометров с пламенной атомизацией ** для спектрометров с электротермической атомизацией *** для спектрометров с гидридной приставкой		

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

подписи, ФИО, должность

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(Обязательное)

к Методике поверки «Спектрометры атомно-абсорбционные моделей SavantAA, SavantAAΣ, SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G»

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ИОНОВ МЕДИ, ЦИНКА, СВИНЦА, РТУТИ, МЫШЬЯКА НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ
ГСО 7764-2000, ГСО 7770-2000, ГСО 7778-2000, ГСО 7343-96, ГСО 7344-96
Изменение №1

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ионов меди, цинка, свинца, ртути, мышьяка на основе разбавления ГСО 7764-2000, ГСО 7770-2000, ГСО 7778-2000, ГСО 7343-96, ГСО 7344-96. Растворы ионов меди, цинка, свинца, ртути, мышьяка предназначены для поверки спектрометров атомно-абсорбционных SavantAA, SavantAAΣ, SavantAA Zeeman, SensAA, SensAA Dual, SensAA Dual G, XplorAA, XplorAA G. Для пламенной атомизации, значение концентрации ионов меди в растворах находится в диапазоне от 0,5 до 2,0 мг/дм³, для цинка в диапазоне от 0,25 до 1,00 мг/дм³. Для электротермической атомизации, значение концентрации ионов меди в растворах находится в диапазоне от 2,5 до 10,0 мкг/дм³, для свинца в диапазоне от 10,0 до 40,0 мкг/дм³. Для гидридной приставки HG3000, значение концентрации ионов мышьяка в растворах находится в диапазоне от 1,0 до 15,0 мкг/дм³, для ртути в диапазоне от 0,5 до 15,0 мкг/дм³.

Изменение №1

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности растворов на основе разбавления ГСО оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления данных растворов.

Изменение №1

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов на основе разбавления ГСО с погрешностью значений, не превышающих при доверительной вероятности $P = 0,95$, доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm \Delta_A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Изменение №1

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Весы лабораторные, класс точности специальный (1) по ГОСТ Р 53228-2008.

Б.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 25; 50; 100; 500; 1000 см³. Мерные цилиндры 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 500 см³.

Б.3.3 1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-100-1000» с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm [1,0 + 0,0004 \cdot (100 - V_T)]$ %, предел допускаемого СКО случайной составляющей

основной относительной погрешности $\pm [0,8 + 0,0003 \cdot (100-V_T)]$ %, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мкл;

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

Или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, 29228-91 объемом дозирования от 100 до 1000 мкл или от 500 до 5000 мкл.

Б.3.4 Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов Cu (ГСО 7764-2000), Zn (ГСО 7770-2000), Pb (ГСО 7778-2000), Hg (ГСО 7343-96), As (III) (ГСО 7344-96) (массовая концентрация ионов металлов Cu, Zn, Pb, Hg составляет 1,0 мг/см³; As 0,1 мг/см³; Относительная погрешность определения концентрации элемента ± 1 % при доверительной вероятности $P=0,95$).

Изменение №1

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

Б.3.6 Деионизированная вода ГОСТ Р 52501-2005. Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

Изменение №1

Б.3.7 Натрия боргидрид «х.ч.» ТУ 1-92-162-90 (массовая доля натрия боргидрида Марка А составляет не менее 95 %, Марка Б 94 %).

Изменение №1

Б.3.8 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77.

Изменение №1

Б.3.9 Кислота азотная квалификация «ос. ч.» по ГОСТ 11125-84.

Б.3.10 Кислота соляная квалификация «ос. ч.» по ГОСТ 14261-77.

Изменение №1

Б.3.11 Аргон газообразный по ГОСТ 10157-2016, в баллоне, снабженном редуктором.

Изменение №1

Б.3.12 L-цистеин.

Изменение №1

Б.3.13 Используемые средства измерений должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

Изменение №1

Б.4 Требования безопасности

Б.4.1 Применение ГСО 7764-2000, ГСО 7770-2000, ГСО 7778-2000, ГСО 7343-96, ГСО 7344-96 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

Изменение №1

Б.4.2 Применение азотной и соляной кислот требует соблюдение техники безопасности при работе в аналитических лабораториях в соответствии с ПНД Ф 12.13.1-03.

Изменение №1

Б.5 Требования к квалификации оператора

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

Б.6 Условия приготовления растворов на основе разбавления ГСО

Б.6.1 Приготовление растворов на основе разбавления ГСО проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 22
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % от 45 до 75

Б.6.2 Приготовленные растворы на основе разбавления ГСО не подлежат хранению, поскольку используются только свежеприготовленные растворы.

Б.7 Приготовление вспомогательных растворов (Изменение №1)

Б.7.1 Приготовление раствора L-цистеина

Для приготовления раствора L-цистеина необходимо взвесить ($10,0 \pm 0,1$) мг L-цистеина на весах, перенести навеску в мерную колбу на 1000 см^3 . Отобрать и перенести в мерную колбу 2 см^3 концентрированной азотной кислоты. Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть крышкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию 10 мг/дм^3 .

Б.7.2 Приготовление раствора боргидрида натрия

Для приготовления 0,6 % раствора боргидрида натрия в 0,6 % растворе гидроокиси натрия в мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают навеску 3 г гидроокиси натрия, растворяют в небольшом количестве деионизированной воды, затем добавляют навеску 3 г боргидрида натрия. После полного растворения навесок колбу доводят до метки деионизированной водой, закрывают крышкой и перемешивают её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.3 Приготовление раствора соляной кислоты

Для приготовления 10 % раствора соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 отбирают мерным цилиндром объемом 500 см^3 соляную кислоту 486 см^3 и перемещают в мерную колбу. Колбу доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз.

Б.8 Приготовление растворов на основе разбавления ГСО

Б.8.1 Для пламенной атомизации

Из раствора с концентрацией ионов меди $1,0 \text{ мг/см}^3$ (ГСО 7764-2000) отобрать аликвоту $2,5 \text{ см}^3$ и перенести в мерную колбу на 25 см^3 . Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов меди $100,0 \text{ мг/дм}^3$.

Из раствора с концентрацией ионов меди $100,0 \text{ мг/дм}^3$ отбирают аликвоты в 0,250; 0,500; 0,750; $1,000 \text{ см}^3$ и переносят в мерные колбы на 50 см^3 . Колбу довести деионизированной водой до метки, закрывают крышкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов меди 0,5; 1,0; 1,5; $2,0 \text{ мг/дм}^3$, соответственно.

Изменение №1

Из раствора с концентрацией ионов цинка $1,0 \text{ мг/см}^3$ (ГСО 7770-2000) отобрать аликвоту $2,5 \text{ см}^3$ и перенести в мерную колбу на 25 см^3 . Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов цинка $100,0 \text{ мг/дм}^3$.

Из раствора с концентрацией ионов цинка $100,0 \text{ мг/дм}^3$ отбирают аликвоты в 0,125; 0,250; 0,375; $0,500 \text{ см}^3$ и переносят в мерные колбы на 50 см^3 . Колбы доводят деионизированной водой до метки и перемешивают содержимое колб, переворачивая

10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов цинка 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 мг/дм³ соответственно.

Б.8.2 Для электротермической атомизации.

Из раствора с концентрацией ионов меди 1,0 мг/см³ (ГСО 7764-2000) отобрать аликвоту 0,1 см³ и перенести в мерную колбу на 100 см³. Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов меди 1,0 мг/дм³.

Из раствора с концентрацией ионов меди 1,0 мг/дм³ отбирают аликвоты в 0,125; 0,250; 0,375; 0,500 см³ и переносят в мерные колбы на 50 см³. Колбы доводят деионизированной водой до метки, закрыть пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов меди 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мкг/дм³ соответственно.

Из раствора с концентрацией ионов свинца 1,0 мг/см³ (ГСО 7778-2000) отобрать аликвоту 0,1 см³ и перенести в мерную колбу на 100 см³. Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов свинца 1,0 мг/дм³.

Из раствора с концентрацией ионов свинца 1,0 мг/дм³ отбирают аликвоты в 1,000; 2,000; 3,000; 4,000 см³ и переносят в мерные колбы на 100 см³. Колбы доводят деионизированной водой до метки, закрыть пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов свинца 10,0; 20,0; 30,0 и 40,0 мкг/дм³ соответственно.

Б.8.3 Для гидридной приставки HG3000

Из раствора с концентрацией ионов ртути 1,0 мг/см³ (ГСО 7343-96) отобрать аликвоту 0,1 см³ и перенести в мерную колбу на 100 см³. Колбу довести до метки раствором L-цистеина, закрыть крышкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов ртути 1,0 мг/дм³.

Из раствора с концентрацией ионов ртути 1,0 мг/дм³ отбирают аликвоты в 0,050; 0,200; 0,500; 1,000 и 1,500 см³ и переносят в мерные колбы на 100 см³. Колбы доводят раствором L-цистеина, закрыть крышкой до метки и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов ртути 0,5; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 мкг/дм³ соответственно.

Из раствора с концентрацией ионов мышьяка 0,1 мг/см³ (ГСО 7344-96) отобрать аликвоту 1,0 см³ и перенести в мерную колбу на 100 см³. Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть крышкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов мышьяка 1,0 мг/дм³.

Из раствора с концентрацией ионов мышьяка 1,0 мг/дм³ отбирают аликвоты в 0,100; 0,200; 0,500; 1,000 и 1,500 см³ и переносят в мерные колбы на 100 см³. Колбы доводят деионизированной водой до метки, закрывают крышкой и перемешивают содержимое колб, переворачивая 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов мышьяка 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 мкг/дм³ соответственно.

Изменение №1

Б.9 Оценка метрологических характеристик растворов на основе разбавления ГСО.

Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов меди, цинка, свинца, ртути, мышьяка (Δ_A) в растворах, рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\Delta_A = \frac{\delta \cdot X}{100}, \quad (\text{Б.1})$$

где δ - относительная погрешность приготовления растворов, рассчитываемая по формуле (Б.2), мкг/дм³;

X - концентрация приготовленных растворов, мкг/дм³.

Изменение №1

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2} \quad (\text{Б.2})$$

где δ_1 - относительная погрешность измерений мерных колб, используемых для приготовления растворов на основе ГСО, рассчитывается по формуле (Б.3), %;

δ_2 - относительная погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора, используемого для приготовления растворов на основе ГСО, рассчитывается по формуле (Б.4), %.

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{Б.3})$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \quad (\text{Б.4})$$

где ΔV_k - погрешность измерений объема мерной колбы, указанная в ГОСТ 1770-74, %;

V_k - объем мерной колбы, см³;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора, рассчитываемая в соответствии с п. Б.3.3 настоящей методики поверки, %;

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мм³.

Б.10 Оформление результатов

Б.10.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов меди и цинка, для пламенной атомизации, приведены в таблицах Б.1, Б.2.

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики приготовленных растворов ионов меди (пламенная атомизация)

№ раствора	Концентрация раствора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов меди, Δ_A , мг/дм ³
1	100,00	0,6450
2	0,50	0,0058
3	1,00	0,0108
4	1,50	0,0151
5	2,00	0,0188

Таблица Б.2 – Метрологические характеристики растворов ионов цинка (пламенная атомизация)

№ раствора	Концентрация раствора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов цинка, Δ_A , мг/дм ³
1	100,00	0,6450
2	0,25	0,0030
3	0,50	0,0058
4	0,75	0,0084
5	1,00	0,0108

Б.10.2 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов меди и свинца, для электротермической атомизации, приведены в таблицах Б.3, Б.4.

Таблица Б.3 – Метрологические характеристики растворов ионов меди (электротермическая атомизация)

№ раствора	Концентрация раствора, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов меди, Δ_A , мкг/дм ³
1	1000,0	10,1980
2	2,5	0,0360
3	5,0	0,0704
4	7,5	0,1031
5	10,0	0,1343

Таблица Б.4 – Метрологические характеристики растворов ионов свинца (электротермическая атомизация)

№ раствора	Концентрация раствора, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов свинца, Δ_A , мкг/дм ³
1	1000,0	10,1980
2	10,0	0,1234
3	20,0	0,2395
4	30,0	0,3493
5	40,0	0,4538

Б.10.3 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов ртути, и мышьяка, для гидридной приставки HG3000, приведены в таблицах Б.5, Б.6.

Изменение №1

Таблица Б.5 – Метрологические характеристики растворов ионов ртути (гидридная приставка HG3000)

№ раствора	Концентрация раствора, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов ртути, Δ_A , мкг/дм ³
1	1000,00	10,198
2	0,50	0,0070
3	2,00	0,0282
4	5,00	0,0704
5	10,00	0,1343
6	15,00	0,2014

Изменение №1

Таблица Б.6 – Метрологические характеристики растворов ионов мышьяка
(гидридная приставка HG3000)

№ раствора	Концентрация раствора, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов мышьяка, Δ_A , мкг/дм ³
1	1000,00	10,198
2	1,00	0,0108
3	2,00	0,0282
4	5,00	0,0704
5	10,00	0,1343
6	15,00	0,2014

Изменение №1