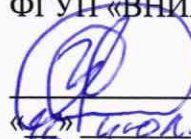


СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

«17» июля 2021 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО – АБСОРБЦИОННЫЕ
«КВАНТ.Z»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 022.Д4-21

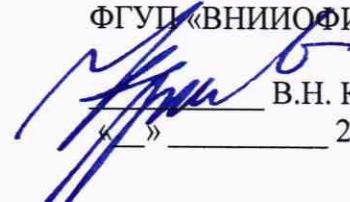
Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»



С.Н. Негода

« » 2021 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Н. Крутиков

« » 2021 г.

Москва
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на Спектрометры атомно-абсорбционные «КВАНТ.Z» (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Спектрометры предназначены для проведения измерений массовой концентрации элементов в жидких пробах различного происхождения и состава, в том числе в питьевой и природной воде, в промышленных сточных водах, в растворах–минерализатах, полученных после соответствующей обработки твердых и газообразных проб.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 196-2015. Поверка спектрометров выполняется методом прямых измерений при определении значений массовой концентрации.

Интервал между поверками – 1 год.

Метрологические характеристики спек указаны в таблице 1

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, нм	от 185 до 1100
Предел обнаружения массовой концентрации, пг (мкг/дм ³): - медь, свинец - мышьяк - ртуть - марганец - никель	1 (0,1 при аликвоте 10 мм ³) 1,5 (0,15 при аликвоте 10 мм ³) 50 (0,005 при аликвоте 10 см ³) 0,2 (0,02 при аликвоте 10 мм ³) 2 (0,2 при аликвоте 10 мм ³)
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала спектрометра при выпуске из производства при вводе контрольного раствора, %, содержащего: мышьяка 10 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³ свинца 10 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³ меди 10 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³ ртути 0,4 мкг/дм ³ при аликвоте 10 см ³ никеля 50 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³ марганца 1 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³	5 4 4 5 4 4
Следующие элементы могут определяться на спектрометре при наличии соответствующих спектральных ламп: алюминий, барий, бериллий, бор, ванадий, висмут, гадолиний, галлий, германий, диспрозий, европий, железо, золото, индий, иридий, иттербий, иттрий, кадмий, калий, кальций, кобальт, кремний, лантан, литий, магний, марганец, медь, молибден, мышьяк, натрий, никель, олово, осмий, палладий, платина, родий, ртуть, рубидий, рутений, самарий, свинец, селен, серебро, стронций, сурьма, таллий, тербий, теллур, титан, фосфор, хром, цезий, цинк, эрбий	

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Проведение операций при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
Внешний осмотр средства измерений	7.1	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7.2	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	7.3	Да	Да

Определение метрологических характеристик средства измерений	7.4		
Определение пределов обнаружения массовой концентрации: мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути	7.4.1-8.1.4	Да Да Да Да Да Да	Нет Нет Да Нет Нет Да*
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала спектрометра при выпуске из производства при вводе контрольного раствора: мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути	7.4.1-8.1.4	Да Да Да Да Да	Нет Нет Да Нет Нет Да*
* - только при наличии ртутной приставки ГРГ			

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

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

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки	Средство поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Рекомендуемые типы средств поверки
Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути по «Государственной поверочной схеме для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой	Диапазон массовой концентрации компонентов в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до $99,99 \text{ г/дм}^3$ Доверительные границы относительной погрешности аттестованных значений массовой концентрации стандартных образцов (при доверительной вероятности 0,95) составляют от 0,3 до 15 %	Стандартный образец состава раствора ионов мышьяка (III) ГСО 7264-96, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,095 до $0,105 \text{ мг/см}^3$, границы допускаемых значений относительной

	<p>(молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов» (далее – ГПС), утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.19 № 3455</p>		<p>погрешности аттестованного значения стандартного образца при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$</p> <p>Стандартный образец состава раствора ионов свинца ГСО 7877-2000, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$</p>
--	---	--	---

Стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7836-2000, интервал допустимых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допустимых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$

Стандартный образец состава раствора ионов никеля ГСО 7873-2000, интервал допустимых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допустимых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$

			<p>Стандартный образец состава раствора ионов марганца ГСО 7875-2000, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца P=0,95 составляют ± 1,0 %</p> <p>Стандартный образец состава раствора ионов ртути ГСО 7263-96, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца P=0,95 составляют ± 1,0 %</p>
Вспомогательное оборудование	Лампы спектральные	Напряжение зажигания для всех ламп 400 В Габаритные размеры ламп не более 160 на 47(диаметр) мм	Лампы спектральные ЛТ – 6М
		Обозначение ЛПК	

		линии, нм	(амплитудное зн.), мА
		As	189,0; 193,7; 197,2
		Cu	324,7; 327,4
		Hg	253,7
		Mn	279,5; 403,1
		Pb	283,3
		Ni	232,0; 341,5; 352,5; 351,5
Аргон газообразный в баллонах по ГОСТ 10157-79.	Объемная доля аргона не менее 99,987 %	Аргон газообразный в баллонах по ГОСТ 10157-79.	
Вода дистиллированная. Технические условия по ГОСТ Р 58144-2018	рН воды от 5,0 до 7,0	Вода 2 степени чистоты Технические условия по ГОСТ Р 52501-2005	
Термогигрометр электронный	<p>Диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С;</p> <p>Предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры $\pm 0,8$ °С;</p> <p>Диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %;</p> <p>Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения относительной влажности ± 3 %.</p>	Термогигрометр электронный «CENT ER» модели 315, рег. № 22129-09	
Барометр-анероид метеорологический	<p>Диапазон измеряемого давления от 80 до 106 кПа (от 600 до 800 мм рт.ст.);</p> <p>Пределы допускаемых погрешностей барометра, не более:</p> <p>- основной $\pm 0,2$ (1,5) кПа (мм рт.ст.)</p> <p>- дополнительной $\pm 0,5$ (3,75) кПа (мм рт.ст.);</p>	Барометр-анероид метеорологический «БАММ-1», рег. № 5738-76	
Мультиметр цифровой	Пределы измерений 750 В Пределы допускаемой абсолютной погрешности в течение 24 часов 0,04 % (от измеренного значения) + 0,02 % (от предела измерений) при частоте 50 Гц	Мультиметры цифровые 34461А рег. № 54848-13	

3.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

3.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (далее – РЭ) поверяемого спектрометра и средств поверки, а также их правила хранения и применения, имеющих 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 15.12.2020 № 903н, и имеющих опыт работы с высокоточными средствами измерений в области волоконно-оптических систем передачи информации; прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 При проведении поверки соблюдают требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н, нормами и правилами устройства и эксплуатации лазеров по ГОСТ 31581-2012. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 3.5.Подготовку к выполнению анализов следует проводить с соблюдением требований техники безопасности при работе с химическими реагентами, относящимися к первому классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 Требования к условиям поверки

6.1 Все этапы поверки, за исключением особо оговоренных, проводят при следующих условиях:

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5;
- относительная влажность воздуха, не более %	80;
- атмосферное давление, кПа	100 ± 15;
- напряжение питающей сети, В	
(в зависимости от исполнения спектрометра)	400 ± 40 или 230 ± 23;
- частота питающей сети, Гц	50 ± 1 .

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр средства измерений

7.1.1 Комплектность поверяемого спектрометра должна соответствовать комплектности, приведенной в описание типа.

7.1.2 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей поверяемого спектрометра;

- отсутствие на наружных поверхностях поверяемой системы повреждений, влияющих на ее работоспособность;

- отсутствие ослаблений элементов конструкции, сохранность пломб, чистота разъемов.

7.1.3 В случае обнаружения механических повреждений необходимо связаться с производителем спектрометра с помощью контактной информации, указанной в РЭ, указать

характер повреждений и определить работоспособность спектрометра. Если спектрометр не работоспособен – дальнейшие операции поверки не проводят.

7.1.4 Спектрометр считается прошедшей операцию поверки с положительным результатом, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции, а комплектность системы соответствует разделу «Комплектность» описания типа.

7.2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

7.2.1 Подготавливают поверяемый спектрометр к работе в соответствии с разделом «Подготовка прибора к поверке» из «Руководство по эксплуатации» и «Руководство по программному обеспечению».

7.2.2 Перед проведением измерений должны быть приготовлены контрольные растворы элементов, по которым производятся измерения согласно методике, приведённой в Приложении А.

Таблица 4

Элемент	Длина волны, нм	Объем аликвоты, V , мм ³	Концентрация элемента в контрольном растворе, C , мкг/дм ³	Границы относительной погрешности приготовления контрольных растворов, %
Мышьяк	193,7	10	10	4,5
Свинец	283,3	10	10	4,6
Медь	324,7	10	10	4,6
Никель	352,5	10	50	4,5
Марганец	279,5	10	1	5,0
Ртуть	253,7	10000	0,4	5,0

7.2.4 Для опробования в окне «Измерение» включите «Измерение» и проведите пробные измерения для меди согласно разделу «Проведение измерений» руководства по эксплуатации.

7.2.5 При опробовании должны быть установлены:

- работоспособность устройств для ввода проб;
- правильность отработки аварийных сообщений при проведении измерений.

7.2.6 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если устройства для ввода проб правильно попадает в пробу, промывку и печь, при операции промывки в наконечник набирается и сбрасывается вода.

Аварийные сообщения при проведении измерений корректно отображаются при отсутствии силового питания, воды, аргона, открытом атомизаторе и некорректном дозировании пробы в печь.

7.3 Проверка программного обеспечения средства измерений

7.3.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр. Для этого в главном меню выбрать вкладку «Помощь» далее «О программе» на экране появится информация о наименовании и версии ПО, смотри рисунок 1.

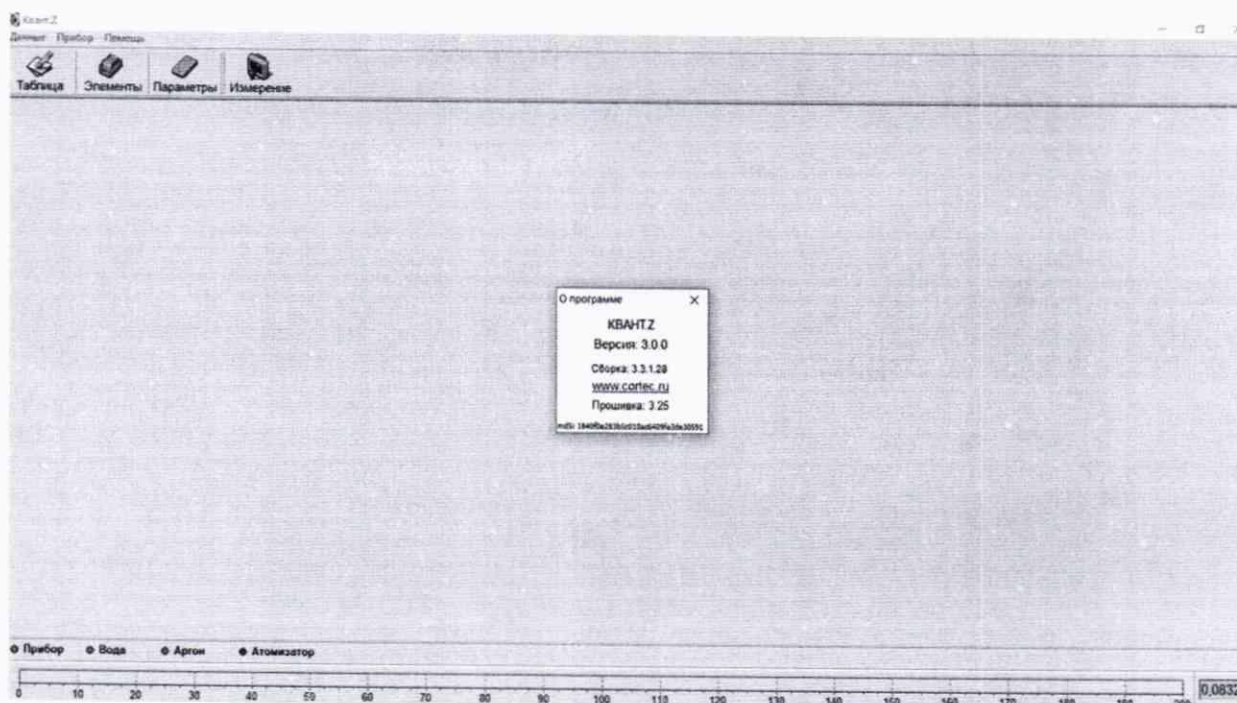


Рисунок 1 – Идентификационные данные ПО

7.3.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 5 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	kvantZ.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.0.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

7.4 Определение метрологических характеристик средства измерений

Операцию определения пределов обнаружения мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути совмещают с определением относительного среднего квадратического отклонения измерений результатов измерений.

7.4.1 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации для определения мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца и ртути.

7.4.2 Провести отжиг графитовой печи необходимое количество раз в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.4.3 Провести десять измерений выходного сигнала $A_{хол}$, Б, нагревая пустую графитовую печь (не дозируя в нее раствор) по программе нагрева определяемого элемента.

7.4.4 Провести шесть измерений выходного сигнала спектрометра А, Б, используя для каждого элемента значения аликвоты V , мм³ и концентрации C , мкг/дм³ из таблицы 3.

Примечание – Допускается отбрасывание значения, признанного выбросом по критерию Граббса для $q = 5\%$ согласно ГОСТ Р 8.736-2011 (значение обозначается жёлтым в программном обеспечении).

8 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

8.1 Обработка результатов предела обнаружения

8.1.1 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений выходного сигнала спектрометра \bar{A} , Б для всех элементов по формуле (1).

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

где n – количество измерений равное 6.

8.1.2 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений холостого сигнала спектрометра $\bar{A}_{хол}$, Б для всех элементов по формуле (2).

$$\bar{A}_{хол} = \frac{\sum_{i=1}^n A_{хол,i}}{n}, \quad (2)$$

где n – количество измерений равное 10.

8.1.3 Рассчитать значение среднего квадратического отклонения холостого сигнала $S_{хол}$ по формуле (3).

$$S_{хол} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (A_{хол,i} - \bar{A}_{хол})^2} \quad (3)$$

где n – количество измерений равное 10.

8.1.2 Вычислить предел обнаружения массовой концентрации $m_{мин}$, пг элемента по формуле (по критерию 3σ с учетом значения аликвоты пробы) (4)

$$m_{мин} = \frac{3 \cdot S_{хол} \cdot C \cdot V}{\bar{A}} \quad (4)$$

и предел обнаружения массовой концентрации $C_{мин}$ мкг/дм³ по формуле (по критерию 3σ) (5):

$$C_{мин} = \frac{3 \cdot S_{хол} \cdot C}{\bar{A}} \quad (5)$$

8.1.3 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение измерений выходного сигнала для мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути по формуле (6)

$$\delta = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}}{\bar{A}} \cdot 100 \quad (6)$$

где n – количество измерений равное 6.

8.1.4 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если результаты поверки удовлетворяют условиям, приведенным в таблице 5.

Таблица 6 Метрологические характеристики спектрометра

Элемент	Предел обнаружения		СКО, не более, %
	$C_{мин}$, мкг/дм ³	$m_{мин}$, пг	
Мышьяк	0,15	1,5	5
Марганец	0,02	0,2	4

Свинец	0,1	1	4
Никель	0,2	2	4
Медь	0,1	1	4
Ртуть	0,005	50	5

8.2 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом. В ином случае система считается прошедшей поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

9.2 При положительных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

9.3 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

9.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела

А.В. Иванов

Начальник сектора

Н.Ю. Грязских

Старший научный сотрудник

Я.И. Ермакова

ПРИЛОЖЕНИЕ А**к Методике поверки****Спектрометры атомно – абсорбционные «КВАНТ.З»****МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ МЫШЬЯКА, СВИНЦА, МЕДИ, НИКЕЛЯ, МАРГАНЦА, РТУТИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7264, ГСО 7877, ГСО 7836, ГСО 7873, ГСО 7875, ГСО 7879****А.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ионов мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути на основе разбавления ГСО 7264, ГСО 7877, ГСО 7836, ГСО 7873, ГСО 7875, ГСО 7879. Растворы ионов мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути предназначены для поверки спектрометров атомно–абсорбционных «КВАНТ.З».

А.2 Нормы и погрешности

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

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

А.3. Оборудование, посуда и реактивы, используемые при приготовлении вспомогательных и контрольных растворов:

А.3.1 Весы лабораторные, II класс точности, с верхним пределом взвешивания 200 г, по ГОСТ OIML R 76-1-2011

А.3.2 Меры массы (гири), класс F₁, по ГОСТ OIML R 111 - 1 – 2009

А.3.3 Колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–200–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

А.3.4 Дозатор пипеточный 1-канальный «Лайт» ДПОП-1-1-10 переменного объема, с варьируемым объемом дозирования от 1 до 10 мм³, пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности дозатора при температуре (20±2) °С составляет от 2,5 до 8,0 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91

А.3.5 Дозатор пипеточный 1-канальный «Лайт» ДПОП-1-20-200 переменного объема, с варьируемым объемом дозирования от 20 до 200 мм³, пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности дозатора при температуре (20±2) °С составляет от 1,0 до 1,5 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91

А.3.6 Дозатор пипеточный 1-канальный «Лайт» ДПОП-1-5-50 переменного объема, с варьируемым объемом дозирования от 5 до 50 мм³, пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности дозатора при температуре (20±2) °С составляет от 2,0 до 5,0 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91

А.3.7 Дозатор пипеточный 1-канальный «Лайт» ДПОП-1-100-1000 переменного объема, с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мм³, пределы допускаемой

систематической составляющей относительной погрешности дозатора при температуре (20 ± 2) °С составляет от 1,0 до 1,5 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91

- А.3.8 Дозатор пипеточный 1-канальный «Лайт» ДПОП-1-1000-10000 переменного объема, с варьируемым объемом дозирования от 1 до 10 см³, пределы допускаемой систематической составляющей относительной погрешности дозатора при температуре (20 ± 2) °С составляет 1,0 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91
- А.3.9 Пробирки пластмассовые для центрифугирования объемом 1,5 или 2,0 см³ производства фирмы «Eppendorf» по ISO 6706-81 (далее по тексту – пробирка).
- А.3.10 Стаканы термостойкие, стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336
- А.3.11 Кислота азотная, ОСЧ., по ГОСТ 11125
- А.3.12 Кислота соляная, ОСЧ., по ГОСТ 14261
- А.3.13 Калий двуххромовокислый, ХЧ, по ГОСТ 4220
- А.3.14 Олово двуххлористое, 2-х водное, по ТУ 6 - 09 - 5393 - 88
- А.3.15 Вода 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005
- А.3.16 Никель азотнокислый 6-водный, ч.д.а. по ГОСТ 4055
- А.3.17 Магний азотнокислый 6-водный, ч.д.а. по ГОСТ 11088
- А.3.18 Государственный стандартный образец состава раствора ионов мышьяка (III) ГСО 7264, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,095 до 0,105 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют $\pm 1,0$ %
- А.3.19 Государственный стандартный образец состава раствора ионов свинца ГСО 7877, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0$ %
- А.3.20 Государственный стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7836, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0$ %
- А.3.21 Государственный стандартный образец состава раствора ионов никеля ГСО 7873, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0$ %
- А.3.22 Государственный стандартный образец состава раствора ионов марганца (II) ГСО 7875, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0$ %
- А.3.23 Государственный стандартный образец состава раствора ионов ртути ГСО 7879, интервал допускаемых аттестованных значений стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца $P=0,95$ составляют $\pm 1,0$ %
- А.3.24 Синтетическое моющее средство (СМС) для мытья лабораторной посуды (подготовка СМС для работы проводится в соответствии с инструкцией производителя)
- А.3.25 Допускается использование другого оборудования, посуды, стандартных образцов состава и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающих по качеству вышеуказанным, при условии обеспечения погрешностей

концентрации в полученных контрольных растворах, не более указанных в настоящей методике.

А.4 Требования безопасности

При использовании химических реактивов следует соблюдать меры безопасности при работе с веществами 1-го класса опасности и руководствоваться требованиями ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. Отходы, которые могут оказать вредное действие на персонал и окружающую среду, должны быть обезврежены соответствующим образом.

А.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов ионов мышьяка, кобальта, свинца, меди, бария, цезия, ртути и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

А.6 Подготовка посуды

А.6.1 Новую или загрязненную посуду промыть раствором СМС (п.А.3.23), 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.6.2. Новую посуду, предназначенную для хранения растворов с концентрацией ионов металлов менее 1 мг/см³ промыть согласно п. 4.1, заполнить раствором, подлежащим хранению, выдержать не менее 8 часов, слить раствор и ополоснуть дистиллированной водой.

А.7. Приготовление фоновых и вспомогательных растворов

Приготовление растворов ионов мышьяка, свинца, меди, никеля, марганца, ртути проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С	от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %	от 45 до 75;
- атмосферное давление, кПа	от 96 до 104.

А.7.1. 0,1 М раствор азотной кислоты (фоновый раствор)

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

Срок хранения – 6 месяцев

А.7.2. Раствор никеля азотнокислого с массовой концентрацией 50 г/дм³

Навеску 15,9 г никеля азотнокислого 6-водного поместить в мерную колбу вместимостью 200 см³, добавить 50 см³ дистиллированной воды и перемешать до полного растворения. Довести до метки дистиллированной водой.

Срок хранения – 1 год

А.7.3. Раствор магния азотнокислого с массовой концентрацией 10 г/дм³

Навеску 3,5 г магния азотнокислого 6-водного поместить в мерную колбу вместимостью 200 см³, добавить 50 см³ дистиллированной воды и перемешать до полного растворения. Довести до метки дистиллированной водой.

Срок хранения - 1 год

А.7.4. Раствор магния азотнокислого с массовой концентрацией 1 г/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 900 мм³ фонового раствора (п. 5.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-20-200 ввести 100 мм³ раствора магния азотнокислого с массовой концентрацией 10 г/л (п. А.7.3). Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения - 1 месяц

А.7.5. Раствор калия двуххромовокислого с концентрацией 40 г/дм³

Навеску 2 г калия двуххромовокислого растворить в 20 см³ дистиллированной воды. Перелить полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³ добавить 5 см³ азотной кислоты и довести до метки дистиллированной водой.

Срок хранения – 1 год

А.7.6. 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 40 мг/см³ (п. А.7.5) и довести до метки дистиллированной водой.

Срок хранения – 1 год

А.7.7. Раствор олова двухлористого с концентрацией 100 г/дм³

Навеску 10,0 г олова двухлористого 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 100 см³ и довести до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешать.

Срок хранения раствора – 3 месяца

А.8. Приготовление контрольного раствора мышьяка**А.8.1. Приготовление рабочего раствора мышьяка с массовой концентрацией 1 мг/дм³**

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ раствора ГСО мышьяка. Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 месяца при температуре (2 – 10) °С.

А.8.2. Приготовление контрольного раствора мышьяка с массовой концентрацией 10 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 988 мм³ дистиллированной воды, а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 последовательно, используя отдельные наконечники, ввести 2 мм³ раствора никеля азотнокислого с массовой концентрацией 50 г/дм³ (п. А.7.2) и 10 мм³ рабочего раствора мышьяка (п. А.8.1). Пробирку закрыть и тщательно перемешать встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 дня.

А.9. Приготовление контрольного раствора свинца**А.9.1. Приготовление промежуточного раствора свинца с массовой концентрацией 100 мг/дм³**

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 900 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-20-200 ввести 100 мм³ раствора ГСО свинца. Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

А.9.2. Приготовление рабочего раствора свинца с массовой концентрацией 1 мг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ промежуточного раствора свинца (п. А.9.1). Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 месяца при температуре (2 – 10) °С.

А.9.3. Приготовление контрольного раствора свинца с массовой концентрацией 10 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 985 мм³ дистиллированной воды, а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 последовательно, используя отдельные наконечники, ввести 5 мм³ раствора магния азотнокислого с массовой концентрацией 1 г/дм³ (п. А.7.4) и 10 мм³ рабочего раствора свинца (п. А.9.2). Пробирку закрыть и тщательно перемешать встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 дня.

А.10. Приготовление контрольного раствора меди**А.10.1. Приготовление промежуточного раствора меди с массовой концентрацией 100 мг/дм³**

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 900 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-20-200 ввести 100 мм³ раствора ГСО меди. Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

А.10.2. Приготовление рабочего раствора меди с массовой концентрацией 1 мг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ промежуточного раствора свинца (п. А.10.1). Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 месяца при температуре (2 – 10) °С.

А.10.3. Приготовление контрольного раствора меди с массовой концентрацией 10 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ дистиллированной воды, а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ рабочего раствора меди (п. А.10.2). Пробирку закрыть и тщательно перемешать встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 дня.

А.11. Приготовление контрольного раствора никеля**А.11.1. Приготовление промежуточного раствора никеля с массовой концентрацией 100 мг/дм³**

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 900 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-20-200 ввести 100 мм³ раствора ГСО никеля. Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

А.11.2. Приготовление рабочего раствора никеля с массовой концентрацией 5 мг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 950 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-5-50 ввести 50 мм³ промежуточного раствора никеля (п. А.11.1). Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 3 месяца при температуре (2 – 10) °С.

А.11.3. Приготовление контрольного раствора никеля с массовой концентрацией 50 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ дистиллированной воды, а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ рабочего раствора никеля (п. А.11.2). Пробирку закрыть и тщательно перемешать встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 дня.

А.12. Приготовление контрольного раствора марганца

А.12.1. Приготовление промежуточного раствора марганца с массовой концентрацией 10 мг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ раствора ГСО марганца. Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

А.12.2. Приготовление рабочего раствора марганца с массовой концентрацией 100 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ фонового раствора (п. А.7.1), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ промежуточного раствора марганца (п. А.12.1). Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 3 месяца при температуре (2 – 10) °С.

А.12.3. Приготовление контрольного раствора марганца с массовой концентрацией 1 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ дистиллированной воды, а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ рабочего раствора марганца (п. А.12.2). Пробирку закрыть и тщательно перемешать встряхивая.

Срок хранения раствора не более 1 дня.

А.13. Приготовление контрольного раствора ртути

А.13.1. Приготовление промежуточного раствора ртути с массовой концентрацией 50 мг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 950 мм³ раствор калия двуххромовокислого с концентрацией 200 мг/дм³ (п. А.7.6), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-20-200 ввести 50 мм³ раствора ГСО ртути. Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

А.13.2. Приготовление рабочего раствора ртути с массовой концентрацией 500 мкг/дм³

В пробирку пипеточным дозатором ДПОП-1-100-1000 ввести 990 мм³ раствор калия двуххромовокислого с концентрацией 200 мг/дм³ (п. А.7.6), а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 10 мм³ промежуточного раствора ртути (п. А.13.1). Пробирку закрыть и тщательно перемешать, встряхивая.

Срок хранения раствора не более 3 месяца при температуре (2 – 10) °С.

А.13.3. Приготовление контрольного раствора марганца с ртути концентрацией 0,4 мкг/дм³

В реакционный сосуд ртутной приставки пипеточным дозатором ДПОП-1-1000-10000 ввести 10 см^3 дистиллированной воды, а затем туда же пипеточным дозатором ДПОП-1-1-10 ввести 8 мм^3 рабочего раствора ртути (п. А.13.2). Немедленно, не встряхивая сосуда, установить сосуд в ртутную приставку.

Раствор готовится перед измерением.

Приложение Б
(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ

СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО – АБСОРБЦИОННЫЕ «КВАНТ.Z»

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)

Заводской номер:

Владелец СИ:

ИНН владельца СИ:

Применяемые эталоны:

Применяемая методика поверки:

МП 022.Д4-21 «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные «КВАНТ.Z». Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Предел обнаружения, пг (мкг/дм ³):			
- медь, свинец	1 (0,1)		
- мышьяк	1,5 (0,15)		
- ртуть	50 (0,005)		
- марганец	0,2 (0,02)		
- никель	2 (0,2)		
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала спектрометра при выпуске из производства при вводе контрольного раствора, содержащего:			
мышьяка 10 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³	5		
свинца 10 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³	4		
меди 10 мкг/дм ³ при аликвоте 10	4		
ртути 0,4 мкг/дм ³ при аликвоте 10 см ³	5		
никеля 50 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³	4		
марганца 1 мкг/дм ³ при аликвоте 10 мм ³	4		

5. Заключение по результатам поверки:

Поверитель:

Дата поверки:

Руководитель
отделения:
