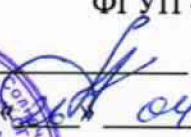


УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора -
заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»

 А.Н. Щипунов

2017 г.



ИНСТРУКЦИЯ
АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР АИ200
Методика поверки
МП-671-1704-2017

р.п. Менделеево
2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции поверки	3
2	Средства поверки	3
3	Требования безопасности	4
4	Условия поверки	5
5	Подготовка к поверке	5
6	Требования к квалификации поверителей	5
7	Проведение поверки	5
8	Оформление результатов поверки	7

Введение

Настоящая методика распространяется на атомно-абсорбционный спектрометр АИ200 (далее по тексту – спектрометр), изготовленный фирмой «Aurora Instruments Ltd», Канада, и устанавливает процедуру, методы и средства его первичной (после ввоза в РФ и ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодических поверок.

Интервал между поверками – один год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование	7.2	Да	Да
Определение спектрального диапазона	7.3.1	Да*	Нет
Определение характеристических концентраций (чувствительности)	7.3.2	Да	Да
Определение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) случайной составляющей погрешности при измерении концентрации	7.3.3	Да	Да
Определение пределов обнаружения	7.3.4	Да	Да

*Только после ремонта или замены оптических элементов спектрометра

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции, поверка прекращается и спектрометр АИ200 бракуется.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, реактивы и оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
7.3.1	Стандартный образец состава водного раствора ионов Na, массовая концентрация ионов натрия 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения ГСО при доверительной вероятности $p = 0,95$ составляют $\pm 0,6 \%$	ГСО 8062-94

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
7.3.1	Стандартный образец состава водного раствора ионов К, массовая концентрация ионов калия 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения ГСО при доверительной вероятности $p = 0,95$ составляют $\pm 0,6 \%$	ГСО 8092-94
7.3.1-7.3.4	Стандартный образец состава водного раствора ионов Zn, массовая концентрация ионов цинка 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности при доверительной вероятности $p = 0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$	ГСО 7837-2000
7.3.2-7.3.4	Стандартный образец состава водного раствора ионов Со массовая концентрация ионов кобальта 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности при доверительной вероятности $p = 0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$	ГСО 7880-2001
7.3.2-7.3.4	Стандартный образец состава водного раствора ионов Си массовая концентрация ионов меди 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности при доверительной вероятности $p = 0,95$ составляют $\pm 1,0 \%$	ГСО 7836-2000
7.3	Меры вместимости по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91, ГОСТ 1770-74	Класс точности 2
7.3	Вода для лабораторного анализа ГОСТ Р 52501-2005	Степень чистоты 1

2.2 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в РФ, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

2.3 Применяемые средства поверки должны быть исправны, поверены и иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы утвержденных типов должны иметь действующие паспорта.

3 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности при поверке должны соответствовать требованиям, изложенным в настоящей методике поверки, руководстве по эксплуатации (РЭ) на спектрометр, а также в эксплуатационной документации на поверочное оборудование и средства измерений.

3.2 При работе со спектрометрами необходимо выполнять общие правила работы с электрическими установками до 1000 В, требования безопасности, предусмотренные ГОСТ Р 12.1.019-2009, ГОСТ 12.3.002-2014, ГОСТ 12.1.004-91, ГОСТ 12.1.007-76.

3.3 Лица, допускаемые к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходить проверку знаний техники безопасности.

3.4 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4 Условия поверки

4.1 Поверка спектрометра должна проводиться в нормальных условиях применения:	
температура окружающей среды	от 15 до 25 °С;
относительная влажность воздуха, при 25 °С	не более 60 %;
атмосферное давление	от 84,0 до 106,7 кПа;
напряжение питающей сети переменного тока	(220 ± 22) В.

5 Подготовка к поверке

Все действия со спектрометром осуществляются в соответствии с РЭ «Атомно-абсорбционный спектрометр А11200». Подготовить спектрометр к работе в соответствии с разделом 4 РЭ.

6 Требования к квалификации поверителя

6.1 К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации на атомно-абсорбционный спектрометр А11200 и руководства по эксплуатации на средства поверки, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с ПОТ Р М-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00.

6.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда, ПОТ Р М-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00 и ГОСТ 12.1.005-88.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и ослабленных элементов конструкции, сохранность пломб, чистоту разъемов, состояние соединительных кабелей;
- целостность корпуса, внешних элементов, отсутствие повреждений органов управления.

7.1.2 Спектрометр, имеющий дефекты, бракуется и дальнейшей поверке не подлежит.

7.2 Опробование

7.2.1 Опробование проводится автоматически. Предварительно необходимо включить подачу газа воздух/ацетилен к спектрометру, и вытяжную систему. После этого необходимо включить питание спектрометра и запустить ПО AA Spectrometer Control Program.

7.2.2 Результаты опробования положительные, если сообщений об обнаруженных ошибках не возникает, а также версия ПО не ниже 3.0.0.48. В противном случае спектрометр к дальнейшей поверке не допускается.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение спектрального диапазона

Определение спектрального диапазона заключается в поочерёдной настройке спектрометра для измерений массовой концентрации элементов 1,0 мг/дм³, приготовленных в соответствии с инструкциями по применению ГСО, на соответствующих им спектральных линиях. Перечень элементов, с указанием их спектральных линий приведён в таблице 3.

Таблица 3 – Перечень элементов для проверки спектрального диапазона

Элемент	Спектральная линия, нм	Пределы допускаемых значений концентрации, мг/дм ³
Zn	213,9	0,9 – 1,1
Na	589,0	0,9 – 1,1
K	766,5	0,9 – 1,1

Спектрометр признается прошедшим поверку в соответствии с подразделом 7.3.1, если спектрометр может быть настроен на спектральные линии элементов, приведённых в таблице 3, а измеренные значения массовой концентрации не превышают допускаемых пределов.

7.3.2 Определение характеристических концентраций (чувствительности)

Характеристические концентрации (чувствительность) определяются отношением концентрации измеряемого элемента с учётом коэффициента поглощения к разности измеренной оптической плотности атомного пара холостой пробы (бидистиллированной или деионизованной воды) и оптической плотности атомного пара измеряемых элементов, приведённых в таблице 4 и приготовленных в соответствии с инструкциями по применению ГСО, в соответствии с формулой (2):

$$C_{хар} = \frac{0,0044 \cdot C}{\bar{D} - \bar{D}_{хол}}; \quad (2)$$

$$\bar{D} = \sum_{i=1}^n D_i; \quad (3)$$

$$\bar{D}_{хол} = \sum_{j=1}^n D_j, \quad (4)$$

где 0,0044 – коэффициент поглощения сигнала; $C_{хар}$ - характеристическая концентрация (чувствительность) по измеряемому элементу, C – массовая концентрация определяемого элемента аттестованного раствора указанного в таблице 2; \bar{D} – среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности атомного пара определяемого элемента аттестованного раствора указанного в таблице 2; D_i – i -ое значение измеренной оптической плотности атомного пара определяемого элемента аттестованного раствора указанного в таблице 2, $\bar{D}_{хол}$ - среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности атомного пара холостой пробы, D_j – j -ое значение измеренной оптической плотности атомного пара холостой пробы, n – количество измерений.

Спектрометр признается прошедшим поверку в соответствии с подразделом 7.3.2, если полученные значения $C_{хар}$ не превышают величин, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Перечень элементов для определения чувствительности

Элемент	Концентрация, мг/дм ³	Предельные допускаемые значения $C_{\text{хар}}$, мкг/дм ³ , не более
Zn (на $\lambda = 213,9$ нм)	1,0	30
Co (на $\lambda = 240,7$ нм)	5,0	140
Cu (на $\lambda = 324,8$ нм)	1,0	50

7.3.3 Определение ОСКО случайной составляющей погрешности при измерении концентрации

7.3.3.1 Используя растворы, указанные в таблице 4, измерить массовую концентрацию указанных элементов.

7.3.3.2 Операцию по п. 7.3.3.1 повторить 10 раз.

7.3.3.3 По полученным данным для каждого элемента определить ОСКО случайной составляющей погрешности при измерении концентрации по формуле (5):

$$ОСКО = \frac{1}{\bar{\omega}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{\omega})^2}{n-1}} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где ω_i – i -ое значение массовой концентрации измеряемых элементов; $\bar{\omega}$ – среднее значение массовой концентрации измеряемых элементов; n – количество измерений.

Спектрометр признается прошедшим поверку в соответствии с подразделом 7.3.3, если полученные значения ОСКО случайной составляющей погрешности при измерении концентрации элементов не превышают 3,0 %.

7.3.4 Определение пределов обнаружения

7.3.4.1 На длине волны каждого элемента, указанного в таблице 4, провести измерения оптической плотности атомного пара дистиллированной или деионизованной воды.

7.3.4.2 Операцию по п. 7.3.4.1 повторить 10 раз.

7.3.4.3 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений по формуле (4).

7.3.4.4 Рассчитать стандартное отклонение в соответствии с формулой (6):

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D}_{хол})^2}{(n-1)}} \quad (6)$$

7.3.4.5 Предел обнаружения (ПрО, мкг/дм³) для каждого из элементов, указанных в таблице 4, определяют по формуле (7):

$$ПрО = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot C_{\text{хар}} \cdot 2,28}{0,0044}, \quad (7)$$

где 2,28 – коэффициент Стьюдента, при доверительной вероятности $p = 0,95$ и количестве измерений $n = 10$; 0,0044 – коэффициент поглощения сигнала; $C_{\text{хар}}$ – результаты расчета характеристической концентрации (чувствительности) элементов полученные по п. 7.3.2, σ_w – стандартное отклонение оптической плотности атомного пара холостой пробы; $\bar{D}_{хол}$ – среднее арифметическое значений i -го измерения оптической плотности атомного пара холостой пробы, n – количество измерений.

Спектрометр признается прошедшим поверку в соответствии с подразделом 7.3.4, если предел обнаружения для каждого элемента не превышает значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Пределы обнаружения

Элемент	Предел обнаружения (ПрО), мкг/дм ³ , не более
Zn (на $\lambda = 213,9$ нм)	20
Co (на $\lambda = 240,7$ нм)	80
Cu (на $\lambda = 324,8$ нм)	20

8 Оформление результатов поверки

8.1 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленного образца в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015. При этом знак поверки в виде наклейки наносится на свидетельство о поверке.

8.2 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причины непригодности в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015.

Начальник лаборатории 671



А.А. Стахеев