

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о.генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им.
Д. И. Менделеева»



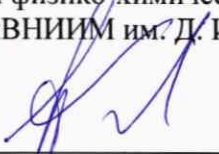
А.Н. Пронин
09.07 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений


СПЕКТРОМЕТРЫ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ МГА-1000

Методика поверки
МП-242-2389-2020

И.о. руководителя отдела государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


_____ А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник


_____ М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2020

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные МГА-1000 (далее спектрометры) и устанавливает методы их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 -Операции поверки

Содержание операции	Номер пункта методики поверки	Выполнение операций	
		Первичная поверка	Периодическая поверка
Внешний осмотр и опробование	6.1	Да	Да
Проверка соответствия программного обеспечения	6.2	Да	Да
Определение предела обнаружения никеля и марганца	6.3	Да	Да
Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра	6.4	Да	Да

При получении отрицательных результатов по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка спектрометра прекращается, и он признается не прошедшим поверку.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие основные средства поверки:

- стандартный образец состава раствора ионов никеля утвержденного типа ГСО 7873-2000 (массовая концентрация ионов никеля 1 г/дм³, погрешность аттестованного значения не более $\pm 1\%$);
- стандартный образец состава раствора ионов марганца (II) утвержденного типа ГСО 7875-2000 (массовая концентрация ионов марганца (II) 1 г/дм³, погрешность аттестованного значения не более $\pm 1\%$).

2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства поверки:

- термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-50)°С, цена деления 0,5°С;
- барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79;

- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например, ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные)
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 5... 50 мм³ с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311-89;
- пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1 и 2 см³ типов 1, 2 или 3 любого исполнения по ГОСТ 29227-91;
- пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5 см³ любого исполнения по ГОСТ 29169-91;
- колбы мерные 2-50-2 и 2-100-2 по ГОСТ 1770 - 74;
- лампы спектральные для никеля и марганца типа ЛТ-6М или аналогичные по ТУ 50-280-97.

2.3 При проведении поверки применяют следующие химические реактивы и материалы:

- вода бидистиллированная или деионизованная;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157-2016;
- кислота азотная, ос.ч. по ГОСТ 11125-84.

2.4 Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке или поверительные клейма. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

2.5 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик спектрометров с требуемой точностью.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Меры безопасности при поверке анализаторов должны соответствовать требованиям Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 24.07.2013 № 328н.

3.2 При проведении поверки спектрометра следует соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

3.3 При проведении поверки следует соблюдать «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утверждены приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 г. № 116).

4 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5)°С;
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При подготовке к проведению поверки прodelывают следующие операции:

- подготавливают поверяемый спектрометр и средства поверки к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра;
- приготавливают поверочные растворы никеля и марганца в соответствии с Приложением А.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр и опробование

6.1.1 Устанавливают отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса анализатора, могущих влиять на его метрологические характеристики.

6.1.2 Подключают спектрометр к сети, подготавливают его к работе и проверяют его работоспособность путем регистрации спектра лампы для определения никеля или марганца в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.1.3 Результаты опробования считаются положительными, если проверка работоспособности пройдена с положительным результатом.

6.2 Проверка соответствия программного обеспечения

6.2.1 Запускают программное обеспечение к спектрометру стандартными средствами операционной системы, в главном меню выбирают элемент *Справка/О программе*. В открывшемся окне содержится информация о программном обеспечении.

6.2.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения соответствует идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений», или выше.

6.3 Определение предела обнаружения никеля и марганца

6.3.1 Подготавливают спектрометр к работе и устанавливают его рабочие параметры для никеля в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра.

6.3.2 Проводят отжиг графитовой кюветы (от 5 до 10 раз) с целью устранения возможного загрязнения.

6.3.3 Проводят 6 измерительных циклов без ввода пробы, регистрируя каждый раз значение выходного сигнала спектрометра ($A_{хол,i}$, (ед.абсорбции)·с) и при помощи программного обеспечения к спектрометру вычисляют среднеквадратическое отклонение нулевого сигнала спектрометра ($S_{хол}$, (ед.абсорбции)·с). При вычислениях отбрасывать результаты измерений запрещается.

6.3.4 Измеряют $n = 6$ раз выходной сигнал спектрометра (A_i , (ед.абсорбции)·с), вводя в атомизатор по 20 мм³ контрольного раствора никеля массовой концентрации 10 мкг/дм³, приготовленного согласно Приложению А. Вычисляют среднее арифметическое значение измеренных значений (\bar{A} , (ед.абсорбции)·с), используя программное обеспечение к спектрометру.

П р и м е ч а н и е - Допускается использование автосемплера для дозирования раствора.

6.3.5 Рассчитывают предел обнаружения (m_0 , пг) никеля по формуле:

$$m_0 = \frac{3 \cdot S_{хол} \cdot C \cdot V}{A} \quad (1)$$

где C - массовая концентрация контрольного раствора никеля, мкг/дм³;

V - объем дозирования контрольного раствора никеля, мм³.

6.3.6 Повторяют операции по 6.3.1 - 6.3.5, дозируя по 10 мм³ контрольного раствора марганца массовой концентрации 5 мкг/дм³, и рассчитывают предел обнаружения марганца.

6.3.7 Спектрометр прошедшим поверку в части определения предела обнаружения никеля и марганца, если значения предела обнаружения не превышают значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Элемент	Длина волны, нм	Предел обнаружения, пг
Никель	232,0	20
Марганец	279,5	3

6.4 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра

6.4.1 Подготавливают спектрометр к работе и устанавливают его рабочие параметры для никеля в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра.

6.4.2 Проводят отжиг графитовой кюветы (от 5 до 10 раз) с целью устранения возможного загрязнения.

6.4.3 Измеряют $n = 6$ выходной сигнал спектрометра, вводя в атомизатор по 20 мм³ контрольного раствора никеля массовой концентрации 10 мкг/дм³, приготовленного согласно Приложению А.

П р и м е ч а н и я

1. Допускается использование автосемплера для дозирования раствора.
2. Допускается использовать результаты измерений, полученные по п.6.3.4.

6.4.4 Используя программное обеспечение к спектрометру, вычисляют среднее арифметическое значение измеренных значений выходного сигнала спектрометра (\bar{A} , (ед.абсорбции)·с) и относительное среднеквадратическое отклонение (S_r , %).

П р и м е ч а н и е - Допускается отбрасывание наибольшего (наименьшего) результата измерений, который может быть признан выбросом на основании критерия Граббса для уровня значимости $q = 5\%$ согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

6.4.5 Повторяют операции по 6.4.2 - 6.4.4 с контрольным раствором марганца массовой концентрации 5 мкг/дм³ при объеме дозирования 10 мм³.

6.4.6 Спектрометр считается прошедшим поверку в части определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, если для каждого из элементов - никеля и марганца относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала не превышает 5%.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

Рекомендуемая форма протокола указана в Приложения Б.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится информация о результатах поверки по форме, соответствующей требованиям, установленным в организации, проводящей поверку.

7.3. Спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра (под названием прибора) и (или) на свидетельство о поверке.

Приложение А
(обязательное)

Методика приготовления поверочных растворов

А.1 Приготовление основных растворов никеля и марганца массовой концентрации 100 мг/дм³

А.1.1 Растворы готовят в день использования при температуре окружающего воздуха (20 ± 2)°С, причем изменение температуры за все время работы не должно превышать $\pm 0,5$ °С.

А.1.2 Вскрывают ампулу стандартного образца состава раствора ионов соответствующего металла массовой концентрации 1,0 г/дм³, отбирают пипеткой с одной отметкой 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация ионов соответствующего металла в полученном растворе составляет 100 мг/дм³.

Срок хранения раствора - 3 месяца.

А.2 Приготовление промежуточных растворов никеля и марганца массовой концентрации 1 мг/дм³

Отбирают пипеткой 1 см³ основного раствора элемента по А.1.2 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Добавляют 2 см³ концентрированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация ионов соответствующего металла в полученном растворе составляет 1 мг/дм³.

Срок хранения раствора - 7 дней.

А.3 Приготовление поверочного раствора никеля массовой концентрации 10 мкг/дм³

1 см³ промежуточного раствора никеля массовой концентрации 1 мг/дм³ по А.2 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концентрированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор готовят в день использования.

Доверительные границы относительной неисключенной систематической погрешности массовой концентрации никеля в поверочном растворе для доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют $\pm 2,0$ %.

А.4 Приготовление поверочного раствора марганца массовой концентрации 5 мкг/дм³

0,5 см³ промежуточного раствора марганца массовой концентрации 1 мг/дм³ по А.2 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концен-

трированной азотной кислоты, разбавляют до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор готовят в день использования.

Доверительные границы относительной неисключенной систематической погрешности массовой концентрации марганца в поверочном растворе для доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют $\pm 2,8$ %.

Приложение Б
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ № _____ от " _____ " _____ г.

поверки спектрометра атомно-абсорбционного МГА-1000, зав. номер _____

1. Условия поверки:
 температура окружающего воздуха _____ °С
 атмосферное давление _____ кПа
 относительная влажность воздуха _____ %
2. Средства поверки: СО состава раствора никеля ГСО _____, СО состава раствора марганца ГСО _____.
3. Результаты внешнего осмотра _____
4. Результаты опробования _____
5. Определение предела обнаружения:

Никель			
№	$A_{хол, i}$	№	$A_{хол, i}$
1		4	
2		5	
3		6	
СКО ($S_{хол}$)			
Предел обнаружения, пг			

Марганец			
№	$A_{хол, i}$	№	$A_{хол, i}$
1		4	
2		5	
3		6	
СКО ($S_{хол}$, пг)			
Предел обнаружения, пг			

Примечание - Значения выходного сигнала спектрометра выражены в (ед.абсорбции)-с

6. Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра:

Никель			
№	A_i	№	A_i
1		4	
2		5	
3		6	
\bar{A} ,			
$S_r, \%$			

Марганец			
№	A_i	№	A_i
1		4	
2		5	
3		6	
\bar{A} ,			
$S_r, \%$			

Примечание - Значения выходного сигнала спектрометра выражены в (ед.абсорбции)-с

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____