

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Е.А. Гаврилова

2024 г.

«ГСИ. Спектрометр атомно-абсорбционный PinAAcle 900F.

Методика поверки»

МП 009.Д4-24

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«24» апреля 2024 г.

г. Москва
2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометр атомно-абсорбционный PinAAcle 900F (далее – спектрометр), предназначенный для измерения концентрации различных элементов в жидких средах, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

1.2 По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2023) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов».

1.3 Поверка спектрометра выполняется методом прямых измерений.

1.4 Метрологические характеристики спектрометра указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Характеристические концентрации, мкг/дм ³ , не более	
медь	80
цинк	30
Предел обнаружения элемента, мкг/дм ³ , не более	4,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов, %:	
медь ($\lambda = 324,75$ нм)	2,0
цинк ($\lambda = 213,86$ нм)	2,0

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 первичной и периодической поверок

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8

Продолжение таблицы 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик			10
Определение характеристических концентраций элементов	Да	Да	10.1
Определение предела обнаружения элемента	Да	Да	10.2
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов	Да	Да	10.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой операции поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа $101,3 \pm 4$.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (РЭ) на спектрометр и средства поверки, ознакомившиеся с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 № 903н, прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

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

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Контроль условий поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от минус 20 °С до плюс 60 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,8$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 100 % с абсолютной погрешностью $\pm 3,0$ %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 кПа до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,2 кПа	Термогигрометр электронный CENTER, мод., CENTER 315, рег. № 22129-09 Барометр – anerоид метеорологический БАММ-1 рег. № 5738-76
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы, не ниже уровня рабочего эталона по ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023, в диапазоне аттестованных значений массовой концентрации элементов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , относительной погрешности аттестованных значений 1 %	ГСО 7836-2000 состава раствора ионов меди, ГСО 7256-96 состава раствора ионов цинка

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Вспомогательное оборудование: механический дозатор с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ от 0,6 до 2,0 %, механический дозатор с варьируемым объемом дозирования от 20 до 200 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ от 0,6 до 2,5 %, механический дозатор с варьируемым объемом дозирования от 20 до 200 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ от 0,9 до 3,0 %. Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты с удельной электрической проводимостью при температуре 25°C не более 0,010 мСм/м	1-канальный механический дозатор «BIOHIT» с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, рег. № 36152-07 1-канальный механический дозатор «BIOHIT» с варьируемым объемом дозирования от 20 до 200 мкл, рег. № 15896-02 1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования от 2 до 20 мкл, рег. № 15896-02 Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью. Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 № 903н. 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.

6.2 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в руководстве по эксплуатации на спектрометр.

6.3 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.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку проводят визуально. Проверяют соответствие спектрометра следующим требованиям:

- соответствие состава спектрометра требованиям руководства по эксплуатации и описания типа;
- соответствие расположения надписей и обозначений требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений на наружных поверхностях составных частей спектрометра, влияющих на его работоспособность; чистоту клемм и разъемов, состояние соединительных кабелей.

7.2 Спектрометр признается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- состав спектрометра соответствует требованиям руководства по эксплуатации и описания типа;
- расположения надписей и обозначений соответствуют требованиям эксплуатационной документации;
- наружные поверхности составных частей спектрометра и соединительные кабели не повреждены, отсутствуют загрязнения клемм и разъемов.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед началом работы со спектрометром необходимо внимательно изучить руководство по эксплуатации, внимательно ознакомиться с требованиями к размещению и подключению составных частей спектрометра (глава 2 руководства по эксплуатации).

8.2 Проверить наличие средств поверки по таблице 3, укомплектованность их документацией и необходимыми элементами соединений.

8.3 Опробование спектрометра

8.3.1 Включите вытяжную вентиляционную систему.

8.3.2 Подключите баллоны с газами горелки¹. Отрегулируйте избыточные давления на выходе до рекомендуемых значений (для ацетилена установите выходное избыточное давление между 90 и 100 кПа, для воздуха - 400 кПа).

8.3.3 Включите компьютер.

8.3.4 Включите систему спектрометра с помощью управляющего переключателя, расположенного на передней панели.

8.3.5 Запустите Syngistix™ for AA: В группе команд Syngistix for AA (для AA), дважды щелкнуть на пиктограмме Syngistix for AA.

8.3.6 Установите и проведите юстировку ламп (из состава спектрометра), которые понадобятся для анализов (см. рисунок 1).

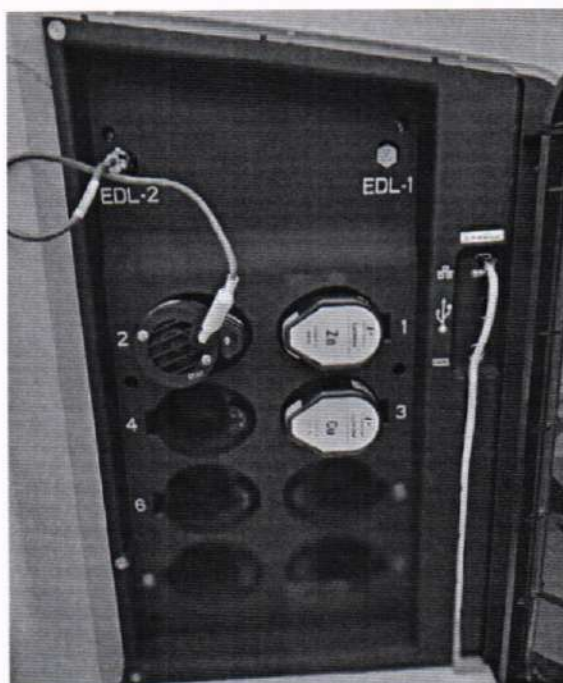


Рисунок 1 – Установка ламп для анализа

8.3.7 Установите систему горелки (см. рисунок 2).

¹ Предоставляются заказчиком



Рисунок 2 – Установка системы горелки

8.3.8 В соответствии с методикой, указанной в приложении В к настоящей методике поверки, подготовьте растворы ионов меди, цинка из государственных стандартных образцов, с концентрацией, указанной в таблице 4.

Таблица 4 – Концентрации градуировочных и контрольных растворов

Элемент	Концентрация растворов, мкг/дм ³
Cu	500; 1000; 5000
Zn	100; 200; 500

8.3.9 Определите спектральный диапазон, поочередно настраивая спектрометр на длину волны 193,7 нм для мышьяка, 213,86 нм для цинка, 324,75 нм для меди, 852,12 нм для цезия (см. рисунок 3).

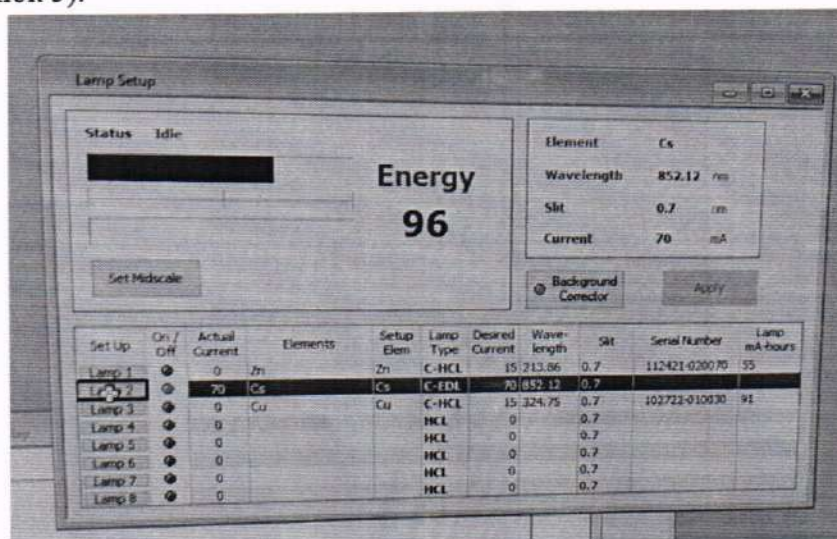


Рисунок 3 – Проверка настройки спектрометра на длины волн анализа

8.4 Для подтверждения требований к условиям проведения поверки, указанным в п. 3.1 применяется Термогигрометр электронный CENTER 315 и Барометр – анероид

метеорологический БАММ-1. Проводится измерение параметров температуры окружающей среды, относительной влажности и давления.

8.5 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если параметры температуры окружающей среды, относительной влажности и давления находятся в пределах, указанных в п. 3.1 настоящей методики поверки, спектрометр вышел на рабочий режим, настройка спектрометра на длины волн анализа мышьяка, цинка, меди и цезия происходит без сбоя, спектральный диапазон, согласно эксплуатационной документации, составляет от 184 до 900 нм.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр.

9.2 Выполнить проверку соответствия идентификационных данных ПО, указанных на мониторе компьютера при включении спектрометра и загрузке ПО, значениям, приведенным в таблице 5 настоящей методики поверки.

9.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Syngistix™ for AA
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	4.0.1
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение характеристических концентраций элементов

10.1.1 Во вкладке Lamp Setup выбрать лампу для анализа меди и дождаться прогрева лампы (в течение 10 минут) до стабилизации положения ползунка с показателем энергии (Energy) (см. рисунок 3).

10.1.2 Провести градуировку спектрометра по растворам с массовой концентрацией: для меди 500, 1000, 5000 мкг/дм³, для цинка 100, 200, 500 мкг/дм³.

10.1.3 На вкладке **Techniques** (Методики, способы) выбрать **Flame** (Пламя).

10.1.4 На вкладке **Analysis** (Анализ) в группе команд **Method** (Метод) щелкнуть на **New** (Новый). Появляется диалоговое окно **New Method** (Новый Метод). В этом диалоговом окне выбрать элемент, который вы намереваетесь определять этим Методом.

10.1.5 В Редакторе Метода (в окне **Method Editor**) установить значения параметров для Cu и Zn указанные на рисунке 4.

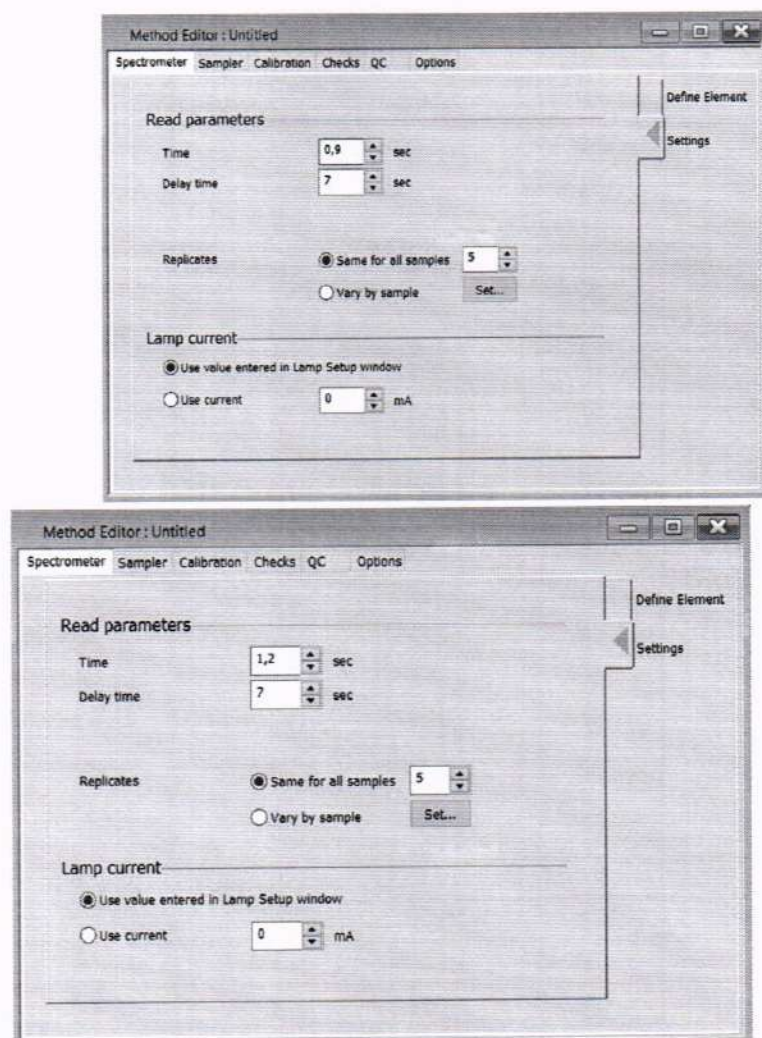


Рисунок 4 – Настройка параметров измерений Cu, Zn

10.1.6 В Редакторе Метода (в окне **Method Editor** вкладка **Calibration**) выбрать значения параметров градуировочных растворов. Пример заполнения приведен на рисунке 5.

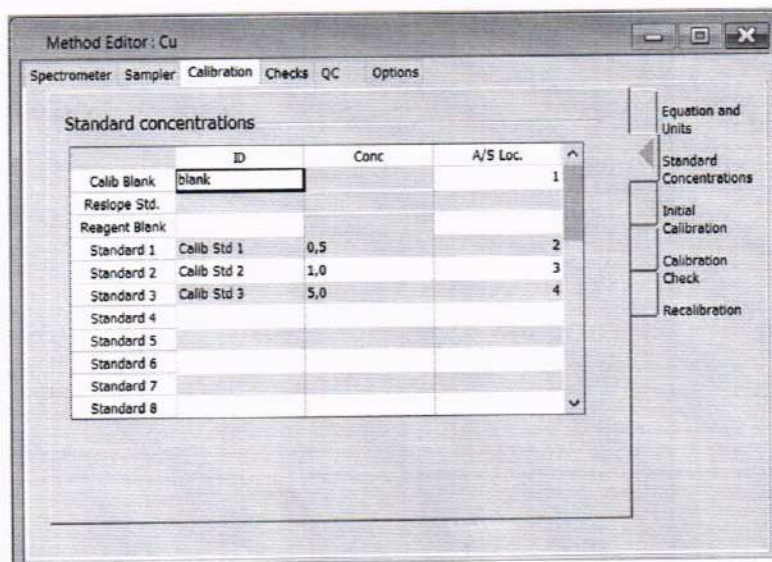


Рисунок 5 – Настройка параметров градуировочных растворов Cu (пример)

10.1.7 Выбрать вкладку **Sample Info, New** и ввести информацию об образцах. Сохранить Метод.

10.1.8 На вкладке **Analysis** (Анализ) в группе команд **Method** щелкнуть на кнопке выпадающего списка **Save** (Сохранить) и выбрать **Save** (Сохранить).

10.1.9 Выбрать вкладку **Calibration: Калибровка**. Открыть окно Calibration, выбрать **New Calibration: Новая калибровка**. Создать новую калибровку, проанализировав градуировочные стандарты.

10.1.10 Провести трехкратное измерение массовой концентрации C_i меди в растворе с концентрацией 500 мкг/дм³. Провести трехкратное измерение массовой концентрации C_i цинка в растворе с концентрацией 200 мкг/дм³.

10.1.11 Полученные результаты занести в протокол поверки, форма которого приведена в приложении А (таблица А.1).

10.1.12 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11 (формулы 1-3).

10.2 Определение предела обнаружения элемента

10.2.1 Провести десятикратное измерение оптической плотности меди на длине волны 324,7 нм в воде высокой чистоты.

10.2.2 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11 (формулы 4-6).

10.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов

10.3.1 Провести десятикратное измерение массовой концентрации C_i меди, цинка в растворах с массовой концентрацией меди 1000 мкг/дм³, цинка 500 мкг/дм³.

10.3.2 Полученные результаты занести в протокол поверки, форма которого приведена в приложении А (таблица А.2).

10.3.3 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11 (формула 7).

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитать среднее арифметическое $\bar{C}$ измеренных значений массовой концентрации меди и цинка по формуле (1):

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

где C_i – текущее значение массовой концентрации меди и цинка в измеряемом растворе, мкг/дм³,

n – количество измерений, равное 3.

11.2 Вычислить характеристическую концентрацию $C_{хар}$ определяемого элемента по формуле (2):

$$C_{\text{хар}} = \frac{0,0044 \cdot \bar{C}}{\bar{D}}, \quad (2)$$

где $\bar{C}$ – среднее значение массовой концентрации элемента в измеряемом растворе,
 $\bar{D}$ – среднее значение оптической плотности при измерении массовой концентрации меди и цинка в измеряемом растворе, рассчитанное по формуле (3):

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

где D – значение оптической плотности при измерении массовой концентрации меди и цинка в измеряемом растворе.

n – количество измерений равное 3.

11.3 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности (при измерении воды) по формуле (4):

$$\bar{D}_w = \frac{\sum_{i=1}^n D_{wi}}{n}, \quad (4)$$

где D_w – значение оптической плотности при измерении массовой концентрации меди в воде высокой чистоты,

n – количество измерений равное 10.

11.4 Рассчитать стандартное отклонение σ_w по формуле (5):

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{wi} - \bar{D}_w)^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где n – количество измерений равное 10.

11.5 Рассчитать предел обнаружения по формуле (6):

$$C_{np} = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot C_{\text{хар}}}{0,0044}, \quad (6)$$

11.6 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой концентрации элементов по формуле (7):

$$S = \frac{100}{\bar{C}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где $C_i, \bar{C}$ – соответственно текущее и среднее значение массовой концентрации меди, цинка в измеряемом растворе, мг/дм³.

11.7 Спектрометр признается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если: характеристическая концентрация меди не превышает 80 мг/дм³, характеристическая концентрация цинка не превышает 30 мг/дм³, предел обнаружения не превышает 4,0 мг/дм³, полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов не превышают пределов 2,0 %.

12 Оформление результатов поверки

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

12.2 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом и полученные значения метрологических характеристик удовлетворяют требованиям к спектрометру в соответствии с его описанием типа, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае спектрометр считается прошедшим поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.

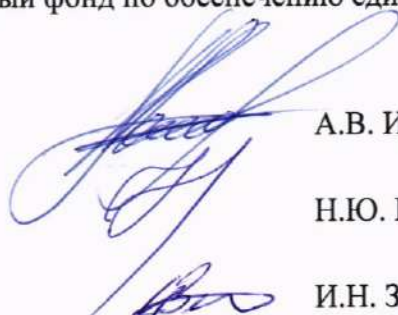
12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4



А.В. Иванов

Н.Ю. Грязских

И.Н. Зябликова

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ №

Спектрометр атомно-абсорбционный PinAAcle 900F

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)
(Регистрационный №)

Серийный номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

ГСО 7836-2000, ГСО 7256-96

Применяемая методика поверки:

МП 009.Д4-24 «ГСИ. Спектрометр атомно-абсорбционный PinAAcle 900F. 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

Определение характеристических концентраций элементов

Таблица А.1

элемент	Cu		Zn	
№	Оптическая плотность, Б	Массовая концентрация, мкг/дм ³	Оптическая плотность, Б	Массовая концентрация, мкг/дм ³
1				
2				
3				
Среднее значение				
Характеристическая концентрация $C_{хар}$, мкг/дм ³				
Нормируемое значение характеристической концентрации	80		30	

Определение предела обнаружения элемента (меди)

Таблица А.2

№	Оптическая плотность при измерении в воде, Б
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	
Среднее значение	
Стандартное отклонение σ_w	
Предел обнаружения, мкг/дм ³	
Нормируемые значения предела обнаружения	4,0

Определение предела допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерения массовой концентрации элементов

Таблица А.3

№	Массовая концентрация элемента в контрольном растворе, мг/дм ³	
	Cu	Zn
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
Среднее значение		
Стандартное отклонение σ		
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерения массовой концентрации элемента, %		
Нормируемые значения предела допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерения массовой концентрации элемента	2,0 %	

5 Заключение по результатам
поверки:

Поверитель: _____

Руководитель: _____

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(Обязательное)

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ
РАСТВОРОВ ИОНОВ ЭЛЕМЕНТОВ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ
ГСО 7836-2000, ГСО 7256-96****Б.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ионов Cu, Zn на основе разбавления ГСО 7836-2000, ГСО 7256-96. Растворы ионов элементов предназначены для проведения поверки атомно-абсорбционного спектрометра PinAAcle 900F.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности растворов ионов элементов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов ионов элементов.

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

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.

Б.3.2 1-канальный механический дозатор «BIONIT» с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 2,0 %.

Б.3.3 1-канальный механический дозатор «BIONIT» с варьируемым объемом дозирования от 20 до 200 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 2,5 %.

Б.3.4 1-канальный механический дозатор «BIONIT» с варьируемым объемом дозирования от 2 до 20 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,9 до 3,0 %.

Б.3.5 Стандартный образец состава водных растворов ионов цинка ГСО 7256-96. Аттестованное значение массовой концентрации ионов цинка $1,0 \text{ мг/см}^3$, границы относительной погрешности концентрации элемента $\pm 1 \%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Б.3.6 Стандартный образец состава водных растворов ионов меди ГСО 7836-2000. Аттестованное значение массовой концентрации ионов меди $1,0 \text{ мг/см}^3$, границы относительной погрешности концентрации элемента $\pm 1 \%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Б.3.7 Вода для лабораторного анализа высокой чистоты по ГОСТ Р 52501-2005.

Б.4 Требования безопасности

Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории, требования ГОСТ 12.1.007-76.

Б.5 Требования к квалификации оператора

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

Б.6 Условия приготовления растворов ионов элементов

Б.6.1 Приготовление растворов ионов элементов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С 20±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа 101,3±4.

Б.6.2 Растворы ионов элементов готовятся и используются непосредственно в день проведения измерений (поверки).

Б.7 Приготовление растворов ионов элементов

Б.7.1 Приготовить раствор ионов элементов с концентрацией 100 мкг/дм³ (цинк).

Вскрыть ампулу соответствующего ГСО. Отобрать из ампулы дозатором 5 мкл раствора ГСО. Перенести в мерную колбу вместимостью 50 дм³ и довести до метки водой высокой чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.2 Приготовить раствор ионов элементов с концентрацией 200 мкг/дм³ (цинк).

Вскрыть ампулу соответствующего ГСО. Отобрать из ампулы дозатором 10 мкл раствора ГСО. Перенести в мерную колбу вместимостью 50 дм³ и довести до метки водой высокой чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.3 Приготовить раствор ионов элементов с концентрацией 500 мкг/дм³ (цинк, медь).

Вскрыть ампулу соответствующего ГСО. Отобрать из ампулы дозатором 25 мкл раствора ГСО. Перенести в мерную колбу вместимостью 50 дм³ и довести до метки водой высокой чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.4 Приготовить раствор ионов элементов с концентрацией 1000 мкг/дм³ (цинк, медь).

Вскрыть ампулу соответствующего ГСО. Отобрать из ампулы дозатором 50 мкл растворов ГСО меди, цинка. Перенести в мерную колбу вместимостью 50 дм³ и довести до метки водой высокой чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.5 Приготовить раствор ионов элементов с концентрацией 5000 мкг/дм³ (медь).

Вскрыть ампулу ГСО 7836-2000. Отобрать из ампулы дозатором 250 мкл раствора ГСО. Перенести в мерную колбу вместимостью 50 дм³ и довести до метки водой высокой чистоты. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Приготовление растворов ионов элементов происходит непосредственно перед измерением.

Б.8 Оценка метрологических характеристик растворов ионов элементов

Б.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов (Δ_A) в растворах, рассчитывают по формуле (В.1):

$$\Delta_A = (\delta \cdot X)/100 \quad (\text{В.1})$$

где X – концентрация приготовленных растворов, мг/л;

δ – относительная погрешность приготовления контрольных растворов, %, рассчитываемая по формуле (В.2):

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2} \quad (\text{В.2})$$

где δ_1 - относительная погрешность измерений объема мерной колбы, %, рассчитываемая по формуле (В.3);

δ_2 - относительная погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора, %, в соответствии с описанием типа.

δ_3 - относительная погрешность концентрации элемента стандартных образцов состава водных растворов ионов элементов, %, в соответствии с паспортом.

В.8.2 Относительная погрешность измерений объема мерной колбы, рассчитывается по формуле (В.3):

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

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

V_k - объем мерной колбы, мл;

В.9 Оформление результатов

В.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов элементов приведены в таблице В.1

Таблица В.1 - Метрологические характеристики приготовленных растворов ионов элементов

Концентрация раствора элементов, мкг/дм ³	Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов элементов (Δ_A) в растворах, мкг/дм ³
100	1,028
200	2,056
500	5,14
1000	10,28
5000	51,40