

50.9

Контрольный + 1

6 / 125



**КОМПЛЕКС
АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ
ТИПА КАС-120.1**

**Методика поверки
1.850.009-01 Д2**

И Н С Т Р У К Ц И Я
ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЯ

№

**КОМПЛЕКС АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ ТИПА КАС-120.1**

Методика поверки

1.850.009-01 Д2

Срок введения с 01.07.91

Настоящая инструкция распространяется на комплекс атомно-абсорбционный спектрофотометрический типа КАС-120.1 (в дальнейшем - комплекс), устанавливает методику первичной и периодической поверок при выпуске из производства, ремонте, эксплуатации и хранении.

Периодические поверки проводятся один раз в год.

Комплекс подлежит государственной поверке.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный типа С-115-М1, входящий в состав данного комплекса, подлежит государственной поверке в установленном порядке согласно Инструкции 2.851.034-04 Д2.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

внешний осмотр, п.5.1;

проверка диапазона измерений оптической плотности, п.5.2;

определение абсолютной погрешности измерения оптической плотности, п.5.2;

определение характеристической концентрации при работе с пламенным и электротермическим атомизаторами, п.5.3.1;

проверка диапазона измерений массовой концентрации при работе с пламенным и электротермическим атомизаторами, п.5.3.2;

определение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации при работе с пламенным и электротермическим атомизаторами, п.5.3.2.

Операции поверки осуществляются согласно программе, записанной на дискете (программное обеспечение работы комплекса при проведении поверки), на соответствие требованиям приложения 2.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в табл. I.

Таблица I

Номер пункта настоящего методики поверки	Наименование образцового средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной схеме и (или) основные технические характеристики
5.2	Набор нейтральных светофильтров КС-100, аттестованных в органах метрологической службы; коэффициент пропускания от 0,04 до 0,9; абсолютная погрешность $\pm 0,005$ на 420 нм. Спектральная лампа на Са (или другой элемент с резонансной линией 420-430 нм).
5.3.1	Жидкие пробы, приготовленные по "Методике приготовления поверочных растворов" (приложение I).
5.3.2	Спектральная лампа на Си.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- знающие основы спектрального анализа и оптических измерений;
- имеющие опыт работы со спектрофотометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя спектрофотометрических приборов и на право работы с сосудами под давлением (баллоны);
- изучившие техническое описание поверяемого комплекса и методику поверки конкретного типа комплекса;
- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже I согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей" и "Правилам техники

безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором 21.12.84.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

- корпуса приборов и блоков комплекса при работе должны быть заземлены;
- баллоны с горючими газами, закисью азота и аргоном должны устанавливаться в соответствии с "Правилами эксплуатации сосудов под давлением".

5. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия.

5.1. Температура окружающей среды $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;

относительная влажность $(45-80) \%$;

атмосферное давление $86 - 106,7$ кПа
 $(630 - 800$ мм рт.ст.);

питание - от сети переменного тока

напряжением $(220 \pm 22) \text{ В}$;

частотой $(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

5.2. Помещение, где проводится поверка, должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией.

5.3. Помещение, где устанавливается комплекс, должно иметь водоснабжение и канализацию.

5.4. Перед проведением поверки комплекс следует выдерживать в помещении не менее 3 ч.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие комплекса следующим требованиям: на наружных поверхностях не должно быть дефектов, влияющих на работу прибора, надписи и отметки шкал должны быть четкими и соответствовать формуляру (паспорту). Комплект комплекса должен соответствовать формуляру (паспорту).

6.2. Проверку диапазона измерений оптической плотности и определение абсолютной погрешности измерения оптической плотности производят с помощью аттестованных нейтральных светофильтров с коэффициентом пропускания в диапазоне от 0,04 до 0,1, от 0,3 до 0,7 и от 0,8 до 0,95.

Выполнить операции подготовки и включения спектрофотометра для работы в составе комплекса.

Произвести сопряжение спектрофотометра с ПП ЭВМ "Искра 1030.11" с помощью блока интерфейсного.

Установить дискету 3 в дисковод модуля процессора (МП) и закрыть замок дисковода.

Включить МП и модуль отображения информации (МОИ). Выждать время (~ 2 мин) загрузки программы в память машины.

Подготовить к работе и включить печатающее устройство (ПУ).

Работа на ПП ЭВМ осуществляется в диалоговом режиме с учетом того, что:

- 1) клавиша пуск "✓" в тексте программы обозначена "CP/LF";
- 2) последовательность проверки может быть изменена смещением курсора клавишами "8" и "2". После выбора пункта проверки необходимо нажать клавишу "✓";
- 3) клавиша "✓" нажимается во всех случаях продолжения выполнения программы, кроме случаев, оговоренных на экране МОИ;

4) при печатании десятичного числа десятичную часть следует отделять от целой части точкой;

5) при сбое в работе комплекса или при неправомерных действиях оператора для повторного запуска программы необходимо нажать кнопку "INIT";

6) длина капилляра от места насадки до металлического наконечника не должна превышать 40 см.

6.3. Определение характеристической концентрации, проверка диапазона измерений массовой концентрации и определение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации.

6.3.1. Определение характеристической концентрации производят в автоматическом режиме работы комплекса.

6.3.1.1. При работе с пламенным атомизатором используют растворы:

дистиллированная вода; раствор с массовой концентрацией меди 1 мг/л ; раствор с массовой концентрацией хрома 1 мг/л .

Выполнить операции подготовки и включения спектрофотометра и транспортера подачи проб.

Произвести сопряжение спектрофотометра и транспортера с помощью блока интерфейсного.

В память III ЭВМ введена программа с дискеты 3 (см. п. 6.2).

В дальнейшем работа проводится в соответствии с рекомендациями на дисплее III ЭВМ в диалоговом режиме.

6.3.1.2. При работе с электротермическим атомизатором используются растворы:

бидистиллят; раствор с массовой концентрацией меди $0,005 \text{ мг/л}$; раствор с массовой концентрацией хрома $0,003 \text{ мг/л}$.

Выполнить операции подготовки и включения спектрофотометра и

электротермического атомизатора (комплекс ГРАФИТ-2 с автоматом подачи проб) для работы в составе комплекса.

Произвести сопряжение спектрофотометра и электротермического атомизатора с ПП ЭВМ с помощью блока интерфейсного.

Составные части ПП ЭВМ: МП, МОИ и ПУ остаются включенными.

В дальнейшем работа проводится в соответствии с рекомендациями на дисплее ПП ЭВМ в диалоговом режиме.

6.3.2. Проверку диапазона измерений массовой концентрации и определение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации производят в автоматическом режиме работы комплекса.

6.3.2.1. При работе с пламенным атомизатором используются растворы:

проба 0 - дистиллированная вода ;

пробы 0,5; 5 и 10 - растворы с массовой концентрацией меди 0,5; 5 и 10 мг/л соответственно.

В дальнейшем работа осуществляется аналогично п.6.3.1.1.

6.3.2.2. При работе с электротермическим атомизатором используются растворы:

проба 0 - бидистиллят ;

пробы 0,005; 0,025 и 0,05 - растворы с массовой концентрацией меди 0,005; 0,025 и 0,05 мг/л соответственно.

В дальнейшем работа осуществляется аналогично п.6.3.1.2.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении операции поверки необходимо вести протокол записи результатов наблюдений по форме приложения 2.

7.2. Результаты поверки считаются положительными, если комплекс удовлетворяет требованиям приложения 2.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о государственной поверке.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого комплекса хотя бы одному требованию приложения 2.

7.5. При отрицательных результатах первичной поверки комплекс возвращается изготовителю.

После устранения неисправности комплекс вторично предъявляется на поверку с указанием причин неисправности и мер, принятых для их устранения.

7.6. При отрицательных результатах вторичной поверки по тем же причинам неисправности выдается извещение о непригодности комплекса с указанием причин неисправности. При этом запрещается выпуск комплекса в обращение и его применение.

7.7. Решение о дальнейшей доработке и предъявлении комплекса на поверку принимается территориальным органом Госстандарта после рассмотрения объяснительного письма изготовителя.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

I. НАЗНАЧЕНИЕ

I.1. Настоящая методика является руководством по приготовлению растворов для поверки комплекса атомно-абсорбционного спектрофотометрического типа КАС-120.1.

I.2. Поверочные растворы, приготовленные нижеописанным методом, не требуют поверки контрольным анализом.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ,
ПРИМЕНЯЕМОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ
ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ

2.1. Применяемое оборудование и классы средств измерений:

1) весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, поверочной ценой деления не более 0,5 мг, ГОСТ 24104-80;

2) колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 500, 1000, 2000 мл, исполнения 2, 2-го класса точности, ГОСТ 1770-74;

3) пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 мл, исполнения 2, 2-го класса точности, ГОСТ 20292-74;

4) стакан вместимостью 50 мл из стекла группы ТХС ГОСТ 25236-82;

5) бутылки полиэтиленовые или склянки с притертыми пробками вместимостью 50, 100, 200, 500 мл;

6) термометр ртутный стеклянный, лабораторный группы 4, предел измерения температуры от 0 до 35 °С, цена деления 0,1 °С, ГОСТ 28498-90;

7) цилиндры вместимостью 50, 1000 мл, исполнения I или 3.

Примечание. Все средства измерений, используемые при приготовлении поверочных растворов, должны пройти поверку в органах Госстандарта в соответствии с ГОСТ 8.002-86.

Допускается замена оборудования на аналогичное, не уступающее по техническим характеристикам.

2.2. Наименование и квалификация исходных химических реактивов:

1) стандартный образец ГСОМ-ПК-I, номер по Госреестру СССР 4144-87;

2) вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;

3) кислота азотная Х.Ч., ГОСТ 4461-77.

Примечание. Допускается применение других типов стандартных образцов, содержащих поверочные элементы, а также самостоятельное приготовление растворов этих элементов по ГОСТ 4212-76.

3. ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ

Приготовление растворов осуществляется методом разбавления дистиллированной водой.

Конечная концентрация поверочного раствора вычисляется по формуле

$$C = C_0 \prod_{i=1}^N (v_i / V_i), \quad (1)$$

где C_0 - концентрация элемента в стандартном образце, мг/л;

v_i - объем мерной пипетки для отбора аликвотной части раствора на i -м этапе разбавления, мл;

V_i - объем мерной колбы, в которой происходит разбавление, на i -м этапе разбавления, мл;

N - число этапов разбавления.

Погрешность приготовления поверочного раствора определяется по формуле

$$S_z = \sqrt{S_{z0}^2 + \sum_{i=1}^N S_{z_i}^2 v_i^2 + S_{z_i}^2 V_i^2 + 2 S_{z_i}^2 v_i V_i}, \quad (2)$$

где S_z - относительная погрешность приготовления поверочного раствора;

S_{z0} - относительная погрешность приготовления стандартного образца (указана в свидетельстве на ГСОРМ);

S_{zv_i} - относительная погрешность мерной пипетки, используемой для отбора аликвотной части раствора, на i -м этапе разбавления;

S_{zV_i} - относительная погрешность мерной колбы, в которой осуществляется разбавление раствора, на i -м этапе разбавления;

S_{zz} - относительная погрешность, вызванная отклонением температуры от $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ на $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$;

множитель 2 показывает, что температура при приготовлении раствора может измениться дважды - в мерной пипетке и в мерной колбе.

Предельные относительные погрешности мерной посуды приведены в табл. 2.

Таблица 2

Мерные пипетки 2 кл.

Объем (v_i), мл	1	2	5	10	20
Погрешность (S_{zv_i}), %	1,0	1,0	1,0	1,0	0,4

Мерные колбы 2 кл.

Объем (V_i), мл	50	100	200	500	1000	2000
Погрешность (S_{zV_i}), %	0,2	0,2	0,15	0,06	0,06	0,05

Температурная составляющая погрешности

($T \pm \Delta T$), $^{\circ}\text{C}$	20 ± 5
Погрешность (S_{zz}), %	0,103

Выбор мерной посуды и числа этапов разбавления производится таким образом, чтобы суммарная относительная погрешность приго-

товления раствора не превышала $\pm 2\%$.

Пример приготовления раствора меди с концентрациями $C_1 = 5,0$ мг/л и $C_2 = 0,5$ мг/л.

Для ГСОРМ-ПК-I $C_0 = 1000$ мг/л, $S_{z_0} = 1\%$.

Мерной пипеткой объемом $v_1 = 1$ мл ($S_{zv_1} = 1\%$) отобрать аликвотную часть раствора ГСОРМ-ПК-I, количественно перенести в мерную колбу объемом $V_1 = 200$ мл ($S_{zV_1} = 0,15\%$), разбавить дистиллированной водой до метки при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, раствор перемешать.

Концентрация полученного поверочного раствора по формуле (1) равна

$$C_1 = \frac{1000 \cdot 1,0}{200} = 5,0 \text{ мг/л.}$$

Погрешность приготовления этого раствора по формуле (2) равна

$$S_{z_1} = \sqrt{1^2 + 1^2 + 0,15^2 + 2 \cdot 0,103^2} = 1,43\%.$$

Из приготовленного раствора меди концентрацией $C_1 = 5,0$ мг/л мерной пипеткой объемом $v_2 = 10$ мл ($S_{zv_2} = 1,0\%$) отобрать аликвотную часть данного раствора, количественно перенести в мерную колбу объемом $V_2 = 100$ мл ($S_{zV_2} = 0,2\%$), разбавить дистиллированной водой до метки, раствор перемешать.

Концентрация полученного поверочного раствора по формуле (1) равна

$$C_2 = \frac{1000 \cdot 1,0 \cdot 10}{200 \cdot 100} = 0,5 \text{ мг/л.}$$

Погрешность приготовления этого раствора по формуле (2) равна

$$S_{z_2} = \sqrt{1^2 + 1^2 + 0,15^2 + 2 \cdot 0,103^2 + 1^2 + 0,2^2 + 2 \cdot 0,103^2} = 1,76\%.$$

4. ТРЕБОВАНИЕ К МАРКИРОВКЕ ПОСУДЫ С ГРАДУИРОВАННЫМИ РАСТВОРАМИ

4.1. На каждой единице потребительской тары должна быть наклеена этикетка, на которой указывают:

наименование реактива, содержащегося в растворе;
эмпирическая формула;
массовая концентрация раствора;
дата приготовления раствора;
срок годности.

4.2. Пример маркировки колбы.

Поверочный раствор As ,

($10 \pm 0,44$) мг/л.

15.02.89 г. - 15.03.89 г.

5. СТАБИЛЬНОСТЬ И ХРАНЕНИЕ РАСТВОРОВ

5.1. Приготовленные растворы заливают в сухие склянки с притертыми пробками или полиэтиленовые бутылки с завинчивающейся крышкой, маркированные согласно п. 4 настоящей методики.

Хранить при температуре окружающей среды от 15 до 30 °С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

5.2. Фильтрация поверочных растворов не допускается.

5.3. При хранении растворов, перед их использованием следует следить, чтобы не было помутнения, хлопьев, осадка. В противном случае раствор заменить свежеприготовленным.

5.4. Растворы хранить в условиях п. 5.1.

5.5. Поверочные растворы готовят в день проведения измерений.
Срок хранения - 24 ч с момента приготовления.

Примечание. Допускается увеличение срока хранения поверочных растворов из ГСОМ-ПК-I до I месяца при условии их консервации. Консервантом служит раствор азотной кислоты HNO_3 кв. Х.Ч. $\text{C} = 1$ моль/л, добавляемой на стадии приготовления растворов вместо дистиллированной воды. Консерванты для других типов ГСОМ указаны в инструкции по применению стандартных образцов.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-75.

6.2. Раствор азотной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/л HNO_3 и раствор для разбавления готовить в вытяжном шкафу.

Во избежание ожогов переливание концентрированной азотной кислоты производить в резиновых перчатках, защитных очках и халатах.

6.3. Лица, допущенные к работе с вредными веществами, должны быть проинструктированы о мерах предосторожности при работе с конкретными вредными веществами.

При санинструктаже следует уделить особое внимание вопросам личной гигиены, мерам, предупреждающим попадание вредных веществ и их соединений внутрь организма и на кожу.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Проверяемый прибор: комплекс атомно-абсорбционный спектрофотометрический типа КАС-120.1 № _____ с входящим в его состав спектрофотометром атомно-абсорбционным типа С-115-М1.

_____ (дата выпуска или ремонта, предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие).

2. Основные технические характеристики

Диапазон измерений оптической плотности от 0 до 2000 мБ.

Предел допускаемого значения абсолютной погрешности комплекса ΔD (мБ) при измерении оптической плотности аттестованных нейтральных светофильтров рассчитывается по формуле

$$\Delta D = \pm (15 + \frac{4}{T})$$

где T - коэффициент пропускания светофильтра, аттестованного с абсолютной погрешностью $\pm 0,005$.

Характеристическая концентрация, мг/л, не более:

с пламенным атомизатором	
по меди	0,05;
по хрому	0,05;
с электротермическим атомизатором	
по меди	0,0005;
по хрому	0,0003.

Диапазон измерений массовой концентрации в режиме абсорбции ΔSA :

- с пламенным атомизатором от 10 Схар. до 200 Схар.;
- с электротермическим атомизатором от 10 Схар. до 100 Схар.

Предел допускаемого значения абсолютной погрешности комплекса при измерении массовой концентрации в режиме абсорбции ΔSA : с пламенным атомизатором для любого значения концентрации и

рабочем диапазоне ± 5 Схар.;

с электротермическим атомизатором

при 10 Схар. ± 4 Схар.;

при 50 Схар. ± 7 Схар.;

при 100 Схар. ± 10 Схар.

3. Средства поверки

3.1. Набор нейтральных светофильтров с коэффициентом пропускания 0,04 -- 0,95, аттестованных в органах метрологической службы с абсолютной погрешностью $\pm 0,005$ на 420 нм .

3.2. Жидкие пробы, приготовленные по "Методике приготовления поверочных растворов" (приложение I).

3.3. Спектральные лампы.

4. Результаты поверки

Результаты поверки приведены в табл. 3

Таблица 3

Наименование параметров	: Допускаемое значение параметров по каждому прибору	Полученное при поверке значение параметра	: Заключение (соответствует, не соответствует)
1. Внешний осмотр			
2. Диапазон измерений оптической плотности, от 0 до 2000 мБ			
3. Абсолютная погрешность измерения оптической плотности, мБ, $\Delta D = \pm(15 + \frac{4}{C})$ не более			
4. Характеристическая концентрация, мг/л, не более:			
с пламенным атомизатором			
по меди	0,05		
по хрому	0,05		

Наименование параметров	: Допускаемое значение метров по каждому прибору	: Полученное при поверке значение параметра	: Заключение (соответствует не соответствует)
-------------------------	--------------------------------------------------	---------------------------------------------	-----------------------------------------------

с электротермическим атомизатором

по меди 0,0005

по хрому 0,0003

5. Диапазон измерений массовой концентрации:

с пламенным атомизатором от 10 Схар. до 200 Схар.

с электротермическим атомизатором от 10 Схар. до 100 Схар.

6. Абсолютная погрешность измерения массовой концентрации, не более:

с пламенным атомизатором ± 5 Схар.

с электротермическим атомизатором при 10 Схар. ± 4 Схар.

при 50 Схар. ± 7 Схар.

при 100 Схар. ± 10 Схар.

На основании результатов поверки выдано свидетельство

№ (извещение о непригодности №)

Дата поверки _____ Поверитель _____

