

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

Е.П. Собина

2024 г.



**«ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные АА990F.
Методика поверки»**

МП 17-241-2024

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лаборатории 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в феврале 2024г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операций поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	8
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	9
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	10
13	Оформление результатов поверки.....	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные AA990F (далее—спектрометры) производства «Beijing Purkinje General Instrument Co., Ltd», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений массовой концентрации элементов в стандартных образцах.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Характеристическая концентрация Cu, мкг/дм ³ , не более	80
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ¹⁾ , %	2,0
Предел обнаружения Cu ²⁾ , мкг/дм ³	8,0
Примечания к таблице:	
1) характеристики приведены при концентрации, превышающей более чем в 100 раз предел обнаружения	
2) характеристики приведены по критерию 3σ	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. №2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020г. №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик: - характеристической концентрации и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала; - предела обнаружения	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +35;
 - относительная влажность воздуха, %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры $\pm 2^{\circ}\text{C}$, относительной влажности $\pm 5,0\%$.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец состава водного раствора ионов меди, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов меди от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ при Р=0,95 Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 Колбы мерные на 100 мл, 500 мл, 1000 мл 2 класса точности по ГОСТ 1770-74 Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 1, 5, 10 см ³ по ГОСТ 29169-91	ГСО 10942-2017 ГСО 7836-2000

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способныеказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты

проверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Провести подготовку спектрометра к измерениям в соответствии с РЭ.

9.2 Проверить действие органов управления и регулировки, работоспособность спектрометра в соответствии с РЭ.

9.3 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.4 Опробование

Опробование спектрометра заключается в его включении, процедуре самотестирования и загрузке программы для определения кадмия и меди.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее не появляется сообщений об ошибках.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Проверку идентификационных данных ПО осуществляют в следующем порядке:

- в главном окне программы в строке меню выбрать «Помощь»;
- в выпадающем меню выбрать команду «Версия»;
- в открывшемся окне приведены идентификационное наименование и номер версии (идентификационный номер) ПО, рисунок 1.

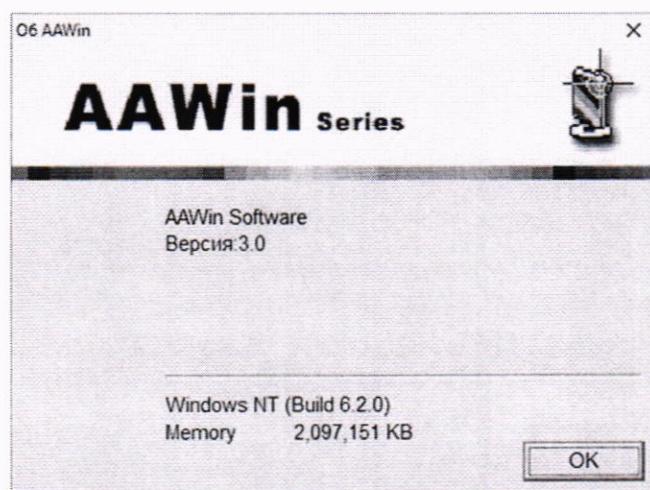


Рисунок 1 – Окно с идентификационными данными ПО спектрометра

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	AAWin
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Характеристическую концентрацию, предел обнаружения, относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала определить для меди. Спектральная длина волны для определения метрологических характеристик приведена в таблице 5.

Таблица 5 – Длина волны для определения метрологических характеристик спектрометров

Элемент	Длина волны, нм
Cu	324,7

11.2 В соответствии с инструкцией по применению стандартного образца приготовить поверочный раствор с концентрацией меди, указанной в таблице 6.

Таблица 6 – Концентрация поверочного раствора для определения метрологических характеристик спектрометров

Элемент	Концентрация элемента в поверочном растворе, мкг/дм ³
Cu	1000

11.3 Определение характеристической концентрации и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

В соответствии с РЭ провести по десять параллельных измерений оптической плотности поверочного раствора и холостой пробы (дистиллированной воды) на спектральной линии меди, указанной в таблице 5.

11.4 Определение предела обнаружения

При определении предела обнаружения провести не менее десяти результатов измерений оптической плотности дистиллированной воды на спектральной линии меди, указанной в таблице 5.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать характеристическую концентрацию (C_{xap} , мкг/дм³) и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (S_o , %) для определяемого элемента по формулам

$$C_{xap} = \frac{0,0044 \cdot C}{D - D_{xol}}, \quad (1)$$

$$S_o = \frac{100}{D} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - D)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где C – массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мкг/дм³;

D_i – результат i -ого измерения оптической плотности атомного пара поверочного раствора, Б;

D – среднее арифметическое значение оптической плотности атомного пара поверочного раствора, Б;

D_{xol} – среднее арифметическое значение оптической плотности паров холостой пробы (дистиллированная вода), Б;

n – число измерений ($n=5$).

Полученные значения характеристической концентрации и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{D}_w , Б) и среднее квадратическое отклонение результатов измерений оптической плотности дистиллированной воды (S , Б) по формулам:

$$\bar{D}_w = \frac{\sum_{i=1}^n D_{iw}}{n} \quad (3)$$

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{iw} - \bar{D}_w)^2}{(n-1)}} \quad (4)$$

где D_{iw} – результат i -го измерения оптической плотности дистиллированной воды, Б;

n – число измерений ($n \leq 10$).

Предел обнаружения (C_{np} , мкг/дм³) рассчитать по формуле

$$C_{np} = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot C_{xap}}{0,0044} \quad (5)$$

где C_{xap} – рассчитанная ранее характеристическая концентрация, мкг/дм³.

Полученное значение предела обнаружения должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906.

13.6 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению спектрометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

О.С. Голынец