

**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 АА990F (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 C_u , мкг/дм ³ , не более	80
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ¹⁾ , %	2,0
Предел обнаружения $C_u^{(2)}$, 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	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, °С 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 ± 2 °С, 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 $P=0,95$	ГСО 10942-2017 ГСО 7836-2000
	Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005	
	Колбы мерные на 100 мл, 500 мл, 1000 мл 2 класс точности по ГОСТ 1770-74	
	Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 1, 5, 10 см ³ по ГОСТ 29169-91	

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, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты

поверки, 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.

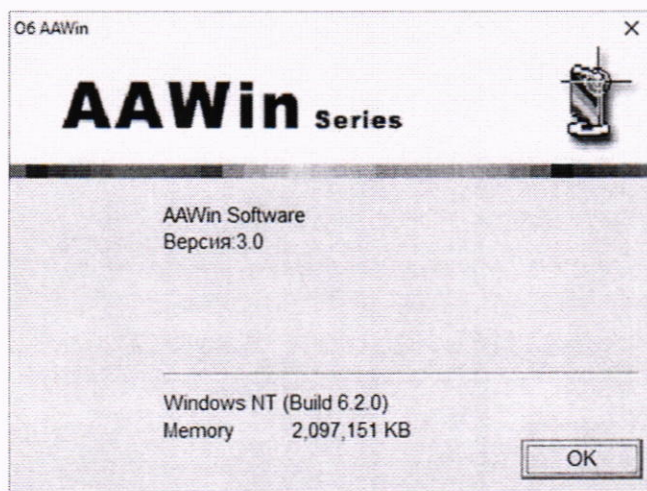


Рисунок 1 – Окно с идентификационными данными ПО спектрометра

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 ($C_{хар}$, мкг/дм³) и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (S_o , %) для определяемого элемента по формулам

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

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

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;

$D_{хол}$ – 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 -ого измерения оптической плотности дистиллированной воды, Б;

n – число измерений ($n \leq 10$).

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

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

где $C_{хар}$ – 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.

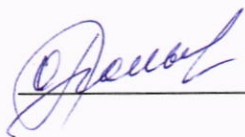
13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

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. Гольнец