

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»

Е.А. Гаврилова
«16 июня» 2025 г.



«ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные GBC SavantAA.
Методика поверки»

МП 016.Д4-25

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«16 июня» 2025 г.

Москва
2025 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры атомно-абсорбционные GBC SavantAA (далее – спектрометры), предназначенные для измерения содержания элементов в водных растворах, природных и сточных водах, технологических растворах, почвах, металлах и их сплавах, рудах, концентратах и в других жидких и твердых веществах и материалах.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость:

- 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 схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021.

Проверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность (характеристическая концентрация элементов), мкг/дм ³ , не более:	
- медь	100
- цинк	80
Предел обнаружения меди ($\lambda=324,7$ нм) по критерию 3σ , мкг/дм ³ , не более	40,00
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации элементов, %	5

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 поверки

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
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
Определение чувствительности (характеристических концентраций элементов)	Да	Да	10.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации элементов	Да	Да	10.2
Определение предела обнаружения меди ($\lambda=324,7$ нм) по критерию 3σ	Да	Да	10.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха от плюс 15 до плюс 25 °C;
- относительная влажность не более 70 %;
- атмосферное давление от 94 до 106 кПа.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на спектрометры.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные 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 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от плюс 15 до плюс 25 °C с абсолютной погрешностью $\pm 0,2$ °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 до 97 % с абсолютной погрешностью ± 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью $\pm 0,13$ кПа	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.10 Определение метрологических характеристик средства измерений	<p>Стандартные образцы, не ниже уровня рабочего эталона 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021, в диапазоне аттестованных значений массовой концентрации элементов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$</p> <p>Вспомогательное оборудование: Дозатор механический одноканальный. Диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более $\pm 2,0\%$</p> <p>Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой объемом 25 и 50 см³ по ГОСТ 1770-74</p>	<p>ГСО¹⁾ 7836-2000 Стандартный образец состава водного раствора ионов меди</p> <p>ГСО¹⁾ 7256-96 Стандартный образец состава водного раствора ионов цинка</p> <p>Дозатор механический одноканальный ВИОНІТ, рег. № 36152-12</p> <p>Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74</p>

¹⁾ ГСО - далее по тексту – стандартные образцы

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки должны быть аттестованы (проверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.2 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.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в РЭ на спектрометры.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида спектрометра проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный спектрометр, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр спектрометра на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера спектрометра.

7.3 Проверить комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям, указанным в описании типа на данный спектрометр.

7.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид спектрометра соответствует изображениям, указанным в описании типа на данный спектрометр;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность», указанному в описании типа на данный спектрометр;
- маркировка спектрометра содержит сведения о типе и серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.2 Опробование спектрометра включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим

8.3 Проверка выхода на рабочий режим проводится путём включения спектрометра в соответствии с указаниями, приведёнными в РЭ. Выключатель питания клавиша ON/OFF расположена на передней панели устройства.

8.4 Запустить программное обеспечение спектрометра (далее – ПО). Нажать левой кнопкой мыши на изображение инструмента, на экране отобразится модель спектрометра, которая используется для проведения анализа (рисунок 1).

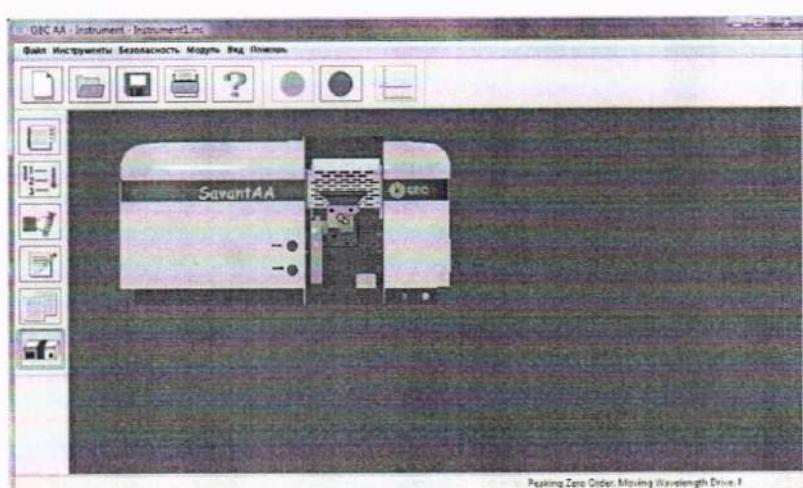


Рисунок 1 – Визуализация п. 8.4

8.5 Установить в турель лампу с полым медным/цинковым катодом (Cu/Zn) из комплекта поставки спектрометра в соответствии с РЭ. Нажать на кнопку «Метод» («Method») .

На странице описания «Description» нажать кнопку со стрелкой  рядом с полем «Элемент» («Element»), открыть периодическую таблицу элементов «Таблица элементов ламп» («Element

Lamp Table») и выбрать «Cu»/«Zn» для той позиции, в которую была установлена лампа в спектрометр, нажать кнопку «OK». Когда элемент выбран, турель автоматически повернется в правильное положение (рисунок 2).

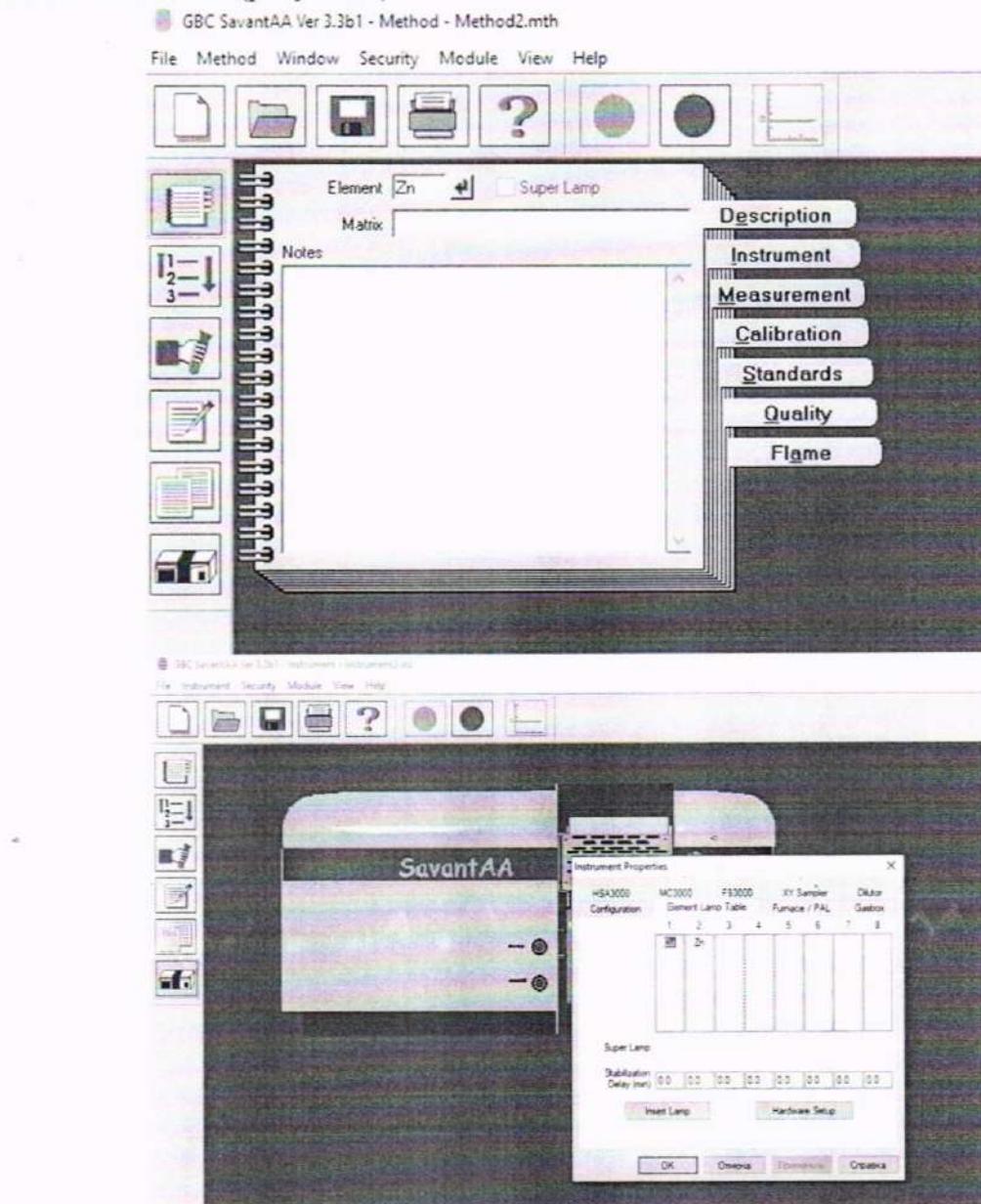


Рисунок 2 – Визуализация п. 8.5

8.6 Открыть окно «Инструменты» («Instrument»), где установить параметры измерений ламп Cu/Zn: ток лампы 4/5 мА; длина волны 324,7/213,9 нм; ширина щели 0,5 нм. Щелкнуть на поле «Коррекция фона» («Background Correction»), чтобы скорректировать положение фоновой линии (рисунок 3).

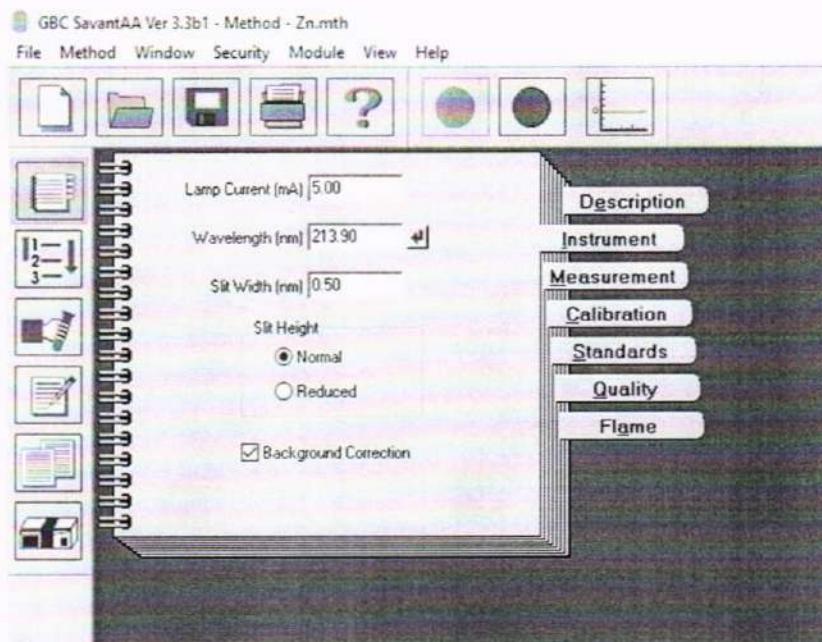


Рисунок 3 – Визуализация п. 8.6

8.7 Открыть вкладку «Измерение» («Measurement»), в разделе «Режим измерений» («Measurement Mode») выбрать пункт «Интеграция» («Integration») для перехода в режим измерений. В открывшемся диалоговом окне установить время считывания сигнала «Read Time» 10 с, время достижения равновесия «Time Constant» 0,05 с, количество повторов измерений «Replicates» 3 (рисунок 4).

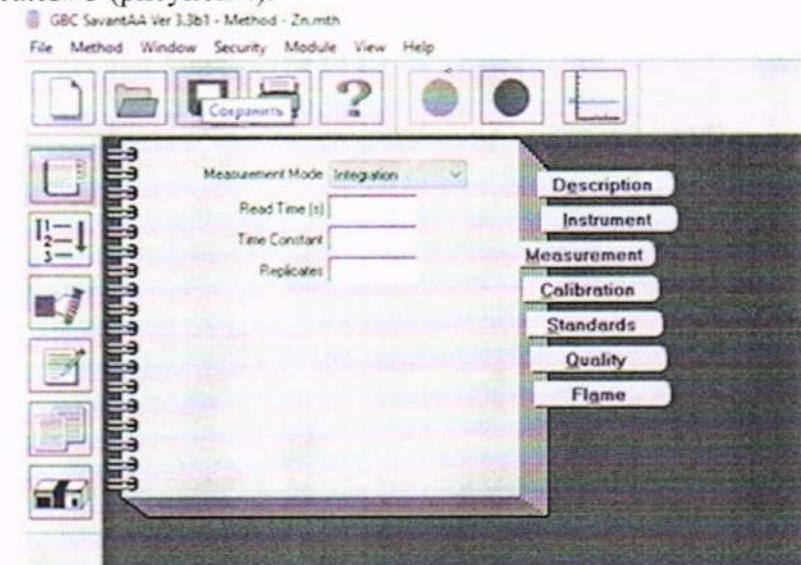


Рисунок 4 – Визуализация п. 8.7

8.8 Открыть вкладку «Калибровка» («Calibration»), выбрать режим калибровки концентрации методом наименьших квадратов («Calibration Mode» - «Conc Least Squares»), размерность представления данных («Conc Units») мг/л. Ввести 2 в поле для указания десятичных единиц. Включить режимы (поставить «галочку»): «Ноль перед калибровкой» («Zero Before Calibration»), «Измерение нулевого образца после калибровки» («Measure Sample Blank After Cal.») и «Метод автоматического сохранения после калибровки» («Auto Save Method After Cal.»). В течение нескольких минут спектрометр автоматически производит настройки пика. Затем на дисплее в строке состояния в нижней части экрана появляется сообщение о готовности спектрометра к измерениям «Инструмент готов» («Instrument ready») (рисунок 5).

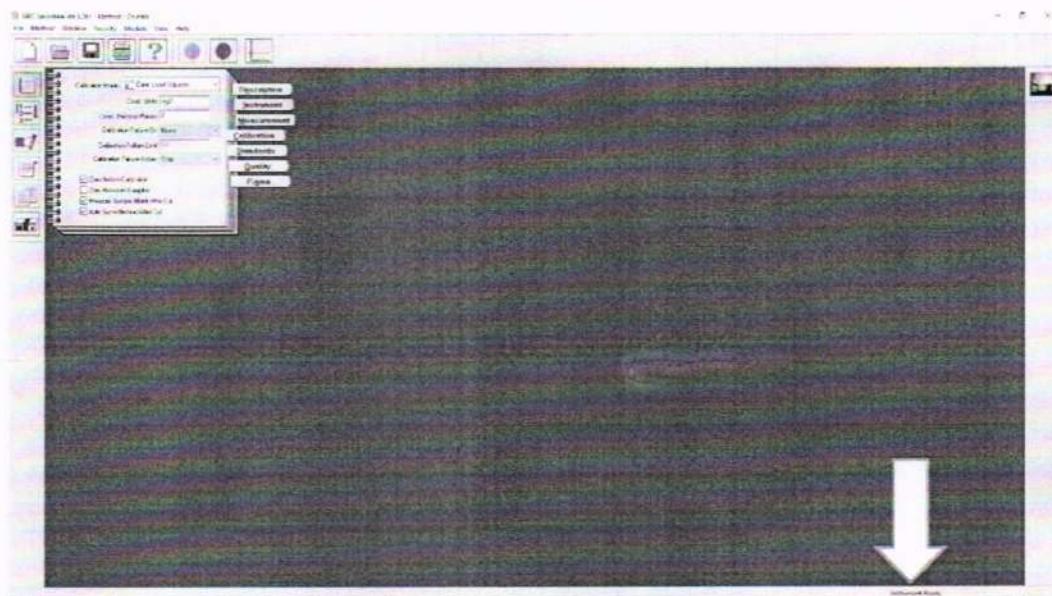


Рисунок 5 – Визуализация п. 8.8

8.9 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- спектрометр вышел на рабочий режим в полном соответствии с РЭ, отсутствуют сообщения об ошибках при запуске спектрометра, в строке состояния появляется сообщение о готовности спектрометра к измерениям «Инструмент готов» («Instrument ready»).

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр.

9.2 Для просмотра идентификационных данных ПО спектрометров необходимо в рабочем окне зайти во вкладку «Помощь» - «О спектрометре» («Help» - «About»). На экране в открывшемся окне отобразится наименование и номер версии ПО (рисунок 6).

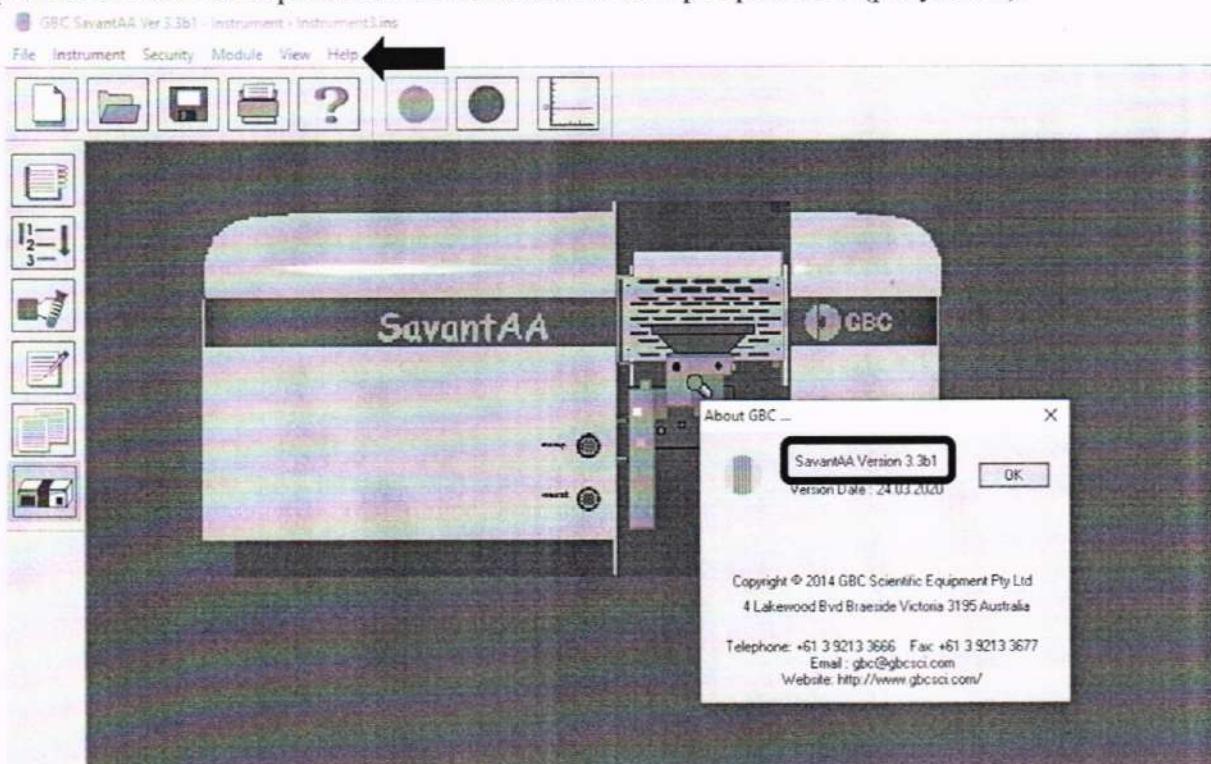


Рисунок 6 – Проверка версии ПО

9.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SavantAA
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.3b1
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение чувствительности (характеристических концентраций элементов)

10.1.1 Определение характеристических концентраций элементов Cu/Zn проводят на следующих длинах волн: Cu - 324,7 нм, Zn – 213,9 нм.

10.1.2 В соответствии с приложением А к настоящей методике поверки подготовить растворы Cu/Zn на основе стандартных образцов с концентрациями, указанными в таблицах А.1, А.2 приложения А, в качестве фонового раствора (нулевого образца) для Cu, Zn использовать воду для лабораторного анализа 2 степени чистоты. В режиме пламенной атомизации растворы подаются по капилляру, подсоединённому к распылительной камере. Второй конец капилляра помещают непосредственно в колбу с раствором.

10.1.3 Для построения градуировочного графика, в режиме пламенной атомизации, в ПО необходимо произвести следующие настройки измерений:

- в меню «Метод» («Method»), страница описания «Description» выбрать анализируемый элемент «Cu»/«Zn»;
- во вкладке «Инструменты» («Instrument») установить параметры измерений ламп Cu/Zn: ток лампы 4/5 мА; длина волны 324,7/213,9 нм соответственно для Cu/Zn; ширина щели («Slit Width») 0,5 нм, в окне «Высота щели» («Slit Height») – режим «Обычный» («Normal»). Щелкнуть на поле «Коррекция фона» («Background Correction»), чтобы скорректировать положение фоновой линии (рисунок 3);
- во вкладке «Измерение» («Measurement»), в разделе «Режим измерений» («Measurement Mode») выбрать пункт «Интеграция» («Integration») для перехода в режим измерений. В открывшемся диалоговом окне установить время считывания сигнала «Read Time» 10 с, время достижения равновесия «Time Constant» 0,05 с, количество повторов измерений «Replicates» 3 (рисунок 4);
- во вкладке «Калибровка» («Calibration»), выбрать режим калибровки концентрации методом наименьших квадратов («Calibration Mode» - «Conc Least Squares»), размерность представления данных («Conc Units») мг/л. Ввести 2 в поле для указания десятичных единиц. Включить режимы (поставить «галочку»): «Ноль перед калибровкой» («Zero Before Calibration»), «Измерение нулевого образца после калибровки» («Measure Sample Blank After Cal.») и «Метод автоматического сохранения после калибровки» («Auto Save Method After Cal.»). В течение нескольких минут спектрометр автоматически производит настройки пика (рисунок 5);
- во вкладке «Стандарты» («Standards») – указать последовательность измерения: «Blank», «Std 1» 0,5/0,25; «Std 2» 1,0/0,5; «Std 3» 1,5/0,75; «Std 4» 2,0/1,0 соответственно для Cu/Zn (рисунок 7);

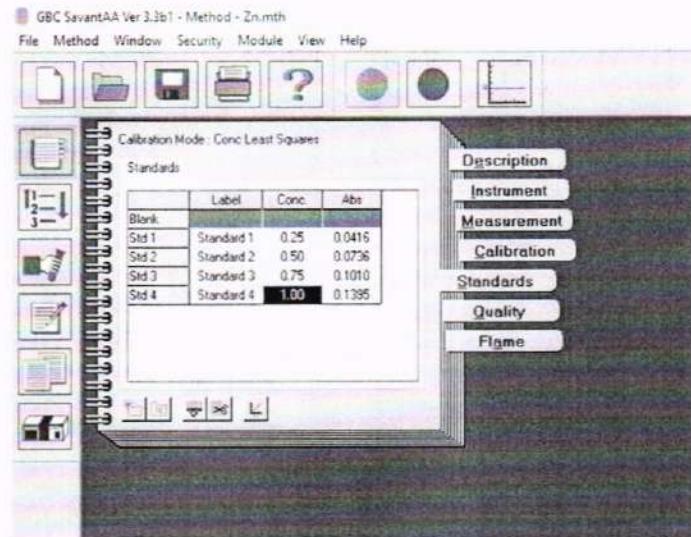


Рисунок 7 – Вкладка ПО «Стандарты» («Standards»)

- во вкладке «Пламя» («Flame»), в окне «Тип пламени» («Flame Type») установить «Air-Acetylene» (Ацетилен/Воздух), в окне «Поток газа» («Fuel Flow (l/min)») 2,0; в окне «Поток воздуха» («Air Flow (l/min)») 10,0 (рисунок 8).

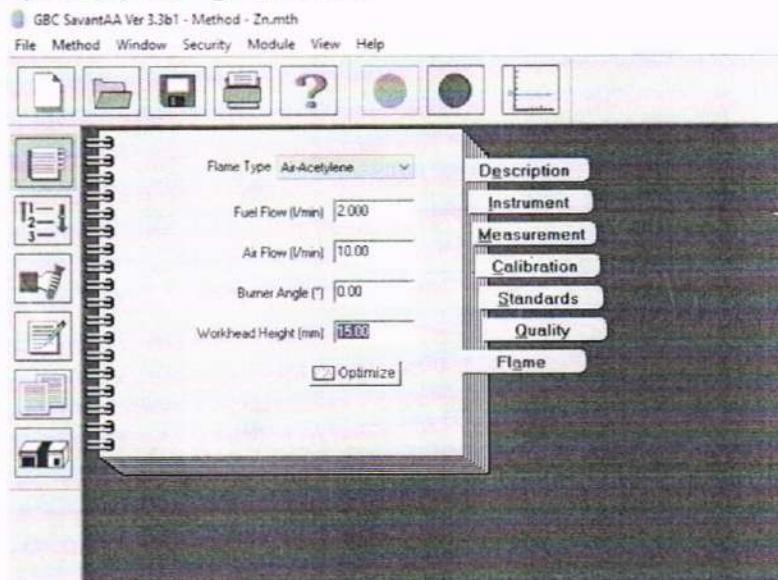


Рисунок 8 – Вкладка ПО «Пламя» («Flame»)

Чтобы сохранить этот метод, необходимо выбрать «Файл», а затем «Сохранить как» в меню.

10.1.4 В меню «Образцы» задать последовательность проведения измерений: в первой строке указать тип измерения «Калибровка», затем заполнить 10 строк типом измерения «Образец» для проведения десятикратного измерения контрольных растворов Cu/Zn (рисунок 9). Доступ к этим параметрам можно получить, дважды щелкнув ячейку в столбце «Тип измерения», доступ к свойствам типа измерения осуществляется щелчком правой кнопки мыши. Чтобы сохранить последовательность образцов, необходимо выбрать «Файл», а затем «Сохранить как» в меню.

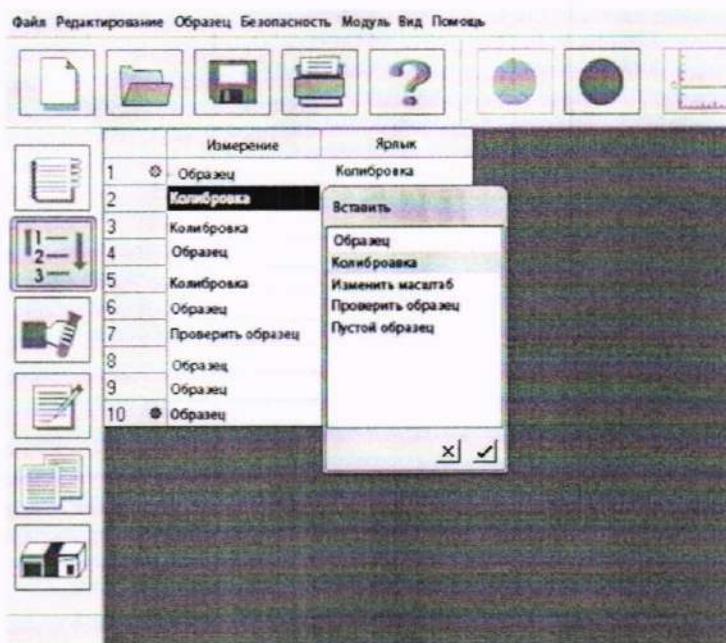


Рисунок 9 – Меню ПО «Образец»

10.1.5 В меню «Анализ» в соответствующих строках указать путь к сохраненному методу анализа и последовательности измерения образцов (рисунок 10).

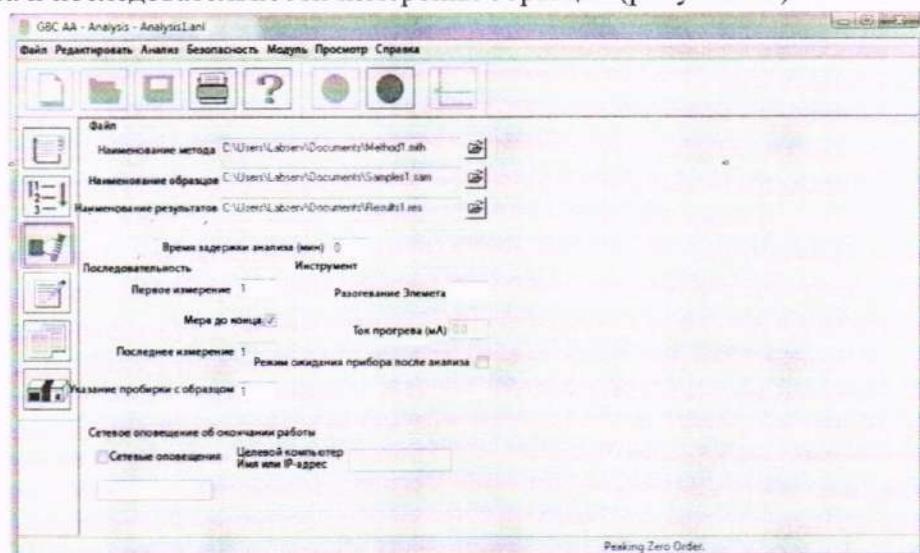


Рисунок 10 – Меню ПО «Анализ»

10.1.6 Поджечь пламя и дать прогреться спектрометру в течение 5 минут. Нажать зеленую кнопку для запуска измерений.

10.1.7 В качестве контрольных растворов Cu/Zn для определения чувствительности (характеристических концентраций элементов) используются растворы 1,0 мг/дм³ для Cu и 0,75 мг/дм³ для Zn, приготовленные в соответствии с приложением А настоящей методики поверки.

10.1.8 По завершению измерений результаты измерений будут отображены в меню «Результаты». Записать полученные результаты измерений концентрации элементов в контрольных растворах и соответствующие им значения оптической плотности в протокол поверки.

10.1.9 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1.

10.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации элементов

10.2.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации элементов совмещают с определением чувствительности (характеристических концентраций элементов) и выполняют согласно п. 10.1 настоящей методики поверки.

10.2.2 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.2.

10.3 Определение предела обнаружения меди ($\lambda=324,7$ нм) по критерию 3σ

10.3.1 Для определения предела обнаружения меди провести десятикратное измерение воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты в соответствии с п. 10.1.3 – 10.1.6. По завершению измерений в протокол поверки записать результаты измерений оптической плотности десятикратного измерения воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты.

10.3.2 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.3.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений для определения чувствительности (характеристических концентраций элементов)

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое значение измеренных концентраций, \bar{C} , мкг/дм³, для каждого элемента по формуле

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

где C_i – измеренная массовая концентрация контрольного раствора, мкг/дм³;

n – число измерений, равное 10.

11.1.2 Рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности, \bar{D} , отн. ед., для всех элементов по формуле

$$\bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n}, \quad 2)$$

где D_i – оптическая плотность при измерении массовой концентрации контрольного раствора, отн. ед.

11.1.3 Рассчитать чувствительность (характеристическую концентрацию), $C_{\text{хар}}$, мкг/дм³, определяемого элемента по формуле

$$C_{\text{хар}} = \frac{0,0044 \cdot \bar{C}}{\bar{D}} \quad 3)$$

11.2 Обработка результатов измерений для определения относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации элементов

11.2.1 Рассчитать значение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации каждого элемента, σ_C , %, по формуле

$$\sigma_C = \frac{100}{\bar{C}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}}, \quad 4)$$

где C_i – измеренная массовая концентрация контрольного раствора, мкг/дм³;
 \bar{C} - среднее арифметическое значение измеренных массовых концентраций, мкг/дм³;
 n – количество измерений, равное 10.

11.3 Обработка результатов измерений для определения предела обнаружения меди ($\lambda=324,7$ нм) по критерию 3σ

11.3.1 По результатам измерений, полученным в соответствии с п. 10.3 методики поверки, рассчитать предел обнаружения Си по критерию 3σ , мкг/дм³, по формуле

$$C_{\text{пр}} = \frac{1}{0,0044} \cdot 3 \cdot \sigma_{\text{к.р.}} \cdot C_{\text{хар}}, \quad 5)$$

где $C_{\text{хар}}$ - характеристическая концентрация Си, рассчитанная по формуле 3;

$\sigma_{\text{к.р.}}$ - стандартное отклонение среднего арифметического значения оптической плотности контрольного раствора (воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты), отн. ед., рассчитанное по формуле

$$\sigma_{\text{к.р.}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{i\text{к.р.}} - \bar{D}_{\text{к.р.}})^2}{(n-1)}}, \quad 6)$$

где $D_{i\text{к.р.}}$ – измеренное значение оптической плотности воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты, отн. ед.;

$\bar{D}_{\text{к.р.}}$ – значение среднего арифметического измеренных значений воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты, отн.ед., рассчитанное по формуле 2.

11.4 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки с положительным результатом, если полученные значения при обработке результатов измерений соответствуют требованиям, указанным в таблице 1 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

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

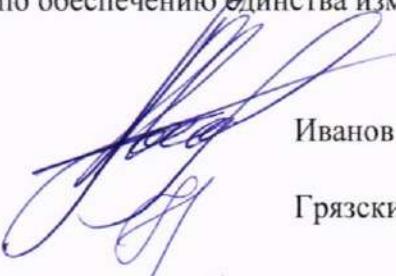
12.2 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает 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 спектрометры не предусмотрено.

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 отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

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

Начальник отдела Д-4



Иванов А.В.

Начальник сектора отдела Д-4



Грязских Н.Ю.

Старший научный сотрудник отдела Д-4



Ермакова Я.И.

Ведущий инженер отдела Д-4



Полунина Е.П.

Приложение А
(Обязательное)

к МП 016.Д4-25 «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные GBC SavantAA. Методика поверки»

Методика приготовления растворов ионов меди и цинка на основе разбавления
ГСО 7836-2000 и ГСО 7256-96

A.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ионов меди и цинка на основе разбавления ГСО 7836-2000 Стандартный образец состава водного раствора ионов меди и ГСО 7256-96 Стандартный образец состава водного раствора ионов цинка (далее по тексту – стандартные образцы, ГСО 7836-2000, ГСО 7256-96). Значение концентрации ионов меди в растворах находится в диапазоне от 0,5 до 2,0 мг/дм³, для цинка в диапазоне от 0,25 до 1,00 мг/дм³.

A.2 Нормы и погрешности

A.2.1 Характеристики погрешности растворов на основе разбавления стандартных образцов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления данных растворов.

A.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов на основе разбавления стандартных образцов с погрешностью значений, не превышающих при доверительной вероятности $P = 0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm \Delta_A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

A.3 Средства измерений, приборы и реактивы

A.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 25; 50 см³.

A.3.2 ГСО 7836-2000 Стандартный образец состава водного раствора ионов меди. Интервал допускаемых аттестованных значений СО от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при $P = 0,95 \pm 1,0\%$;

A.3.3 ГСО 7256-96 Стандартный образец состава водного раствора ионов цинка. Интервал допускаемых аттестованных значений СО от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при $P = 0,95 \pm 1,0\%$;

A.3.4 Дозатор механический одноканальный. Диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более $\pm 2,0\%$.

A.3.5 Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты ГОСТ Р 52501-2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

A.4 Требования безопасности

A.4.1 Применение стандартных образцов не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

A.5 Требования к квалификации оператора

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

A.6 Условия приготовления растворов на основе разбавления стандартных образцов

A.6.1 Приготовление растворов на основе разбавления стандартных образцов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °C от 18 до 22

- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % от 45 до 75

А.6.2 Приготовленные растворы на основе разбавления стандартных образцов не подлежат хранению, поскольку используются только свежеприготовленные растворы.

А.7 Приготовление растворов на основе разбавления стандартных образцов

Из раствора ГСО 7836-2000 отобрать аликвоту 2,5 см³ и перенести в мерную колбу на 25 см³. Колбу довести водой для лабораторного анализа 2 степени чистоты до метки, закрыть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов меди 100,0 мг/дм³.

Из раствора с концентрацией ионов меди 100,0 мг/дм³ отбирают аликвоты в 0,250; 0,500; 0,750; 1,000 см³ и переносят в мерные колбы на 50 см³. Колбы доводят водой для лабораторного анализа 2 степени чистоты до метки, закрывают крышкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов меди 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 мг/дм³, соответственно.

Из раствора ГСО 7256-96 отобрать аликвоту 2,5 см³ и перенести в мерную колбу на 25 см³. Колбу довести водой для лабораторного анализа 2 степени чистоты до метки, закрыть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ионов цинка 100,0 мг/дм³.

Из раствора с концентрацией ионов цинка 100,0 мг/дм³ отбирают аликвоты в 0,125; 0,250; 0,375; 0,500 см³ и переносят в мерные колбы на 50 см³. Колбы доводят водой для лабораторного анализа 2 степени чистоты до метки и перемешивают содержимое колб, переворачивая 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию ионов цинка 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 мг/дм³ соответственно.

А.8 Оценка метрологических характеристик растворов на основе разбавления стандартных образцов.

Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов меди, цинка (Δ_A) в растворах, рассчитывают по формуле (А.1):

$$\Delta_A = \frac{\delta \cdot X}{100}, \quad (A.1)$$

где δ - относительная погрешность приготовления растворов, рассчитываемая по формуле (А.2), %;

X - массовая концентрация приготовленных растворов, мг/дм³.

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}, \quad (A.2)$$

где δ_1 - относительная погрешность измерений объема мерных колб, используемых для приготовления растворов на основе разбавления стандартных образцов, рассчитывается по формуле (А.3), %;

δ_2 - относительная погрешность измерений объема дозатора, рассчитывается по формуле (А.4), %.

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

$$\delta_2 = \Delta V_d, \quad (A.4)$$

где ΔV_k - абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы, указанная в ГОСТ 1770-74, см³;

V_k - объем мерной колбы, см³;

ΔV_d - допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре дозатора в соответствии с описанием типа на применяемый дозатор, %.

A.9 Оформление результатов

A.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов меди и цинка приведены в таблицах А.1, А.2.

Таблица А.1 – Метрологические характеристики приготовленных растворов ионов меди

№ раствора	Концентрация раствора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов меди, Δ_A , мг/дм ³
1	100,0	2,0
2	0,50	0,01
3	1,00	0,02
4	1,50	0,03
5	2,00	0,04

Таблица А.2 – Метрологические характеристики растворов ионов цинка

№ раствора	Концентрация раствора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения растворов ионов цинка, Δ_A , мг/дм ³
1	100,0	2,0
2	0,25	0,01
3	0,50	0,01
4	0,75	0,02
5	1,00	0,02

Приложение Б
(Рекомендуемое)

к МП 016.Д4-25 «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные GBC SavantAA.

Методика поверки»

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ————— ПЕРВИЧНОЙ ————— ПОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ

Спектрометр атомно-абсорбционный GBC SavantAA

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

Серийный номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

Место проведения поверки:

Применяемая методика поверки:

МП 016.Д4-25 «ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные GBC SavantAA. Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С:
- относительная влажность воздуха, %:
- атмосферное давление, кПа:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Подготовка к поверке и опробование:
3. Проверка программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Таблица Б.1 – Таблица измерений оптической плотности

	Cu			Zn	
	C_i , мкг/дм ³	D_i , отн. ед.	$D_{ik,p}$, отн. ед.	C_i , мкг/дм ³	D_i , отн. ед.
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
среднее арифметическое значение					
$C_{\text{хар}}$, мкг/дм ³					
σ_C , %					
$C_{\text{пр}}$, мкг/дм ³					-

Таблица Б.2 – Метрологические характеристики

Метрологическая характеристика	Требования	Результат (соответствие)
Чувствительность (характеристическая концентрация элементов), мкг/дм ³ , не более: - медь - цинк	100 80	
Предел обнаружения меди ($\lambda=324,7$ нм) по критерию 3σ , мкг/дм ³ , не более	40,00	
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации элементов, %	5	

5. Заключение по результатам поверки:

по результатам поверки средство измерений Спектрометр атомно-абсорбционный GBC SavantAA сер.№ _____ соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению.

Начальник отдела:

Дата поверки:

Поверитель:	Подпись	Фамилия И.О.
	Подпись	Фамилия И.О.