

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

А.А. Клоков

2025 г.



ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные PinAAcle 900T

Методика поверки

МП КРТ-07-2025

г. Москва

2025 г.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 года № 761 «О внесении изменений 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;

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия;

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры;

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой;

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования;

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений:			
определение характеристической концентрации	да	да	11.2
определение относительного среднеквадратического отклонения (СКО)	да	да	11.2
случайной составляющей погрешности	да	да	11.3
определение пределов обнаружения	да	да	11.3
5 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, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица,

представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для одного из атомизаторов спектрометра или для меньшего числа элементов (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- 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 и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений: относительной влажности от 10 % до 95 %, температуры от +15 °С до +25 °С, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0$ %, по каналу температуры $\pm 0,4$ °С	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов меди от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ %, при $P=0,95$	Стандартный образец состава водного раствора ионов меди ГСО 7836-2000
	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов цинка от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ %, при $P=0,95$	Стандартный образец состава водного раствора ионов цинка ГСО 11243-2018 ГСО 7837-2000
	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов кадмия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ %, при $P=0,95$	Стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501	
	Меры объема – колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770	
	Меры объема – пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227	
	Меры объема – стаканы II класса точности по ГОСТ 25336	

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

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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 пользователя по эксплуатации и техническому обслуживанию (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 Спектрометр подготовить к работе, провести тестирование в соответствии с РЭ. При необходимости следует провести настройку и калибровку спектрометров в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного в соответствии с таблицей 3.

Провести пробную процедуру измерения спектрометром. Убедиться, что спектрометр функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра.

Определение идентификационных данных ПО спектрометра осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Справка» («Help»). Вид окна программы представлен на рисунке 1;
- в открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «О программе» («About Syngistix»), в результате чего откроется окно, в котором приведены название ПО и номер версии, вид окна представлен на рисунке 2;
- идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

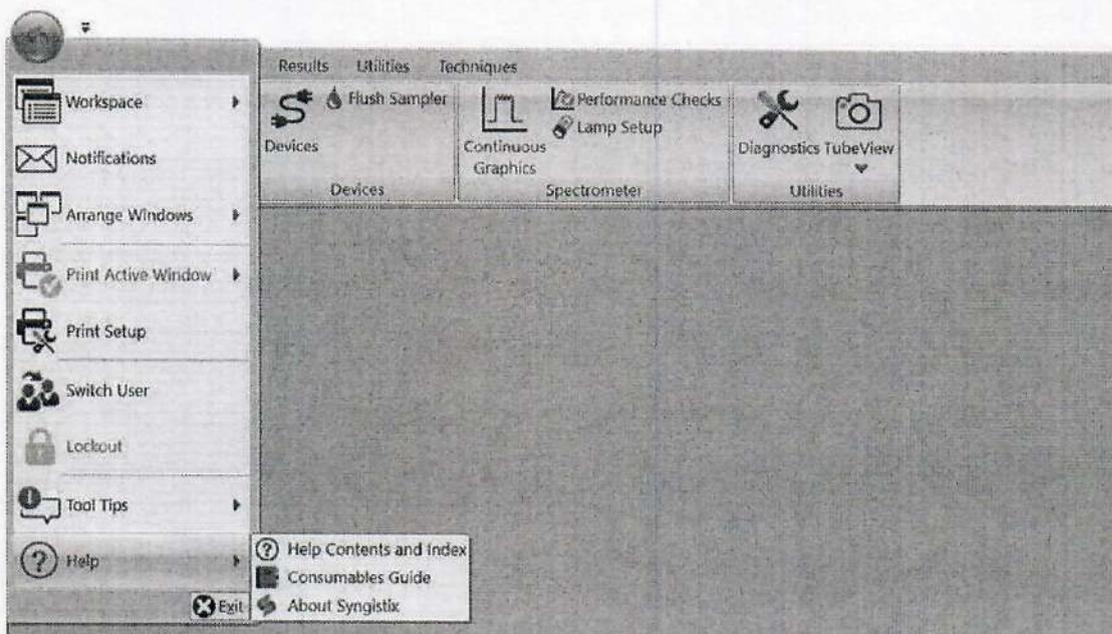


Рисунок 1 – Общий вид окна программы при обращении к команде «Справка» («Help»)

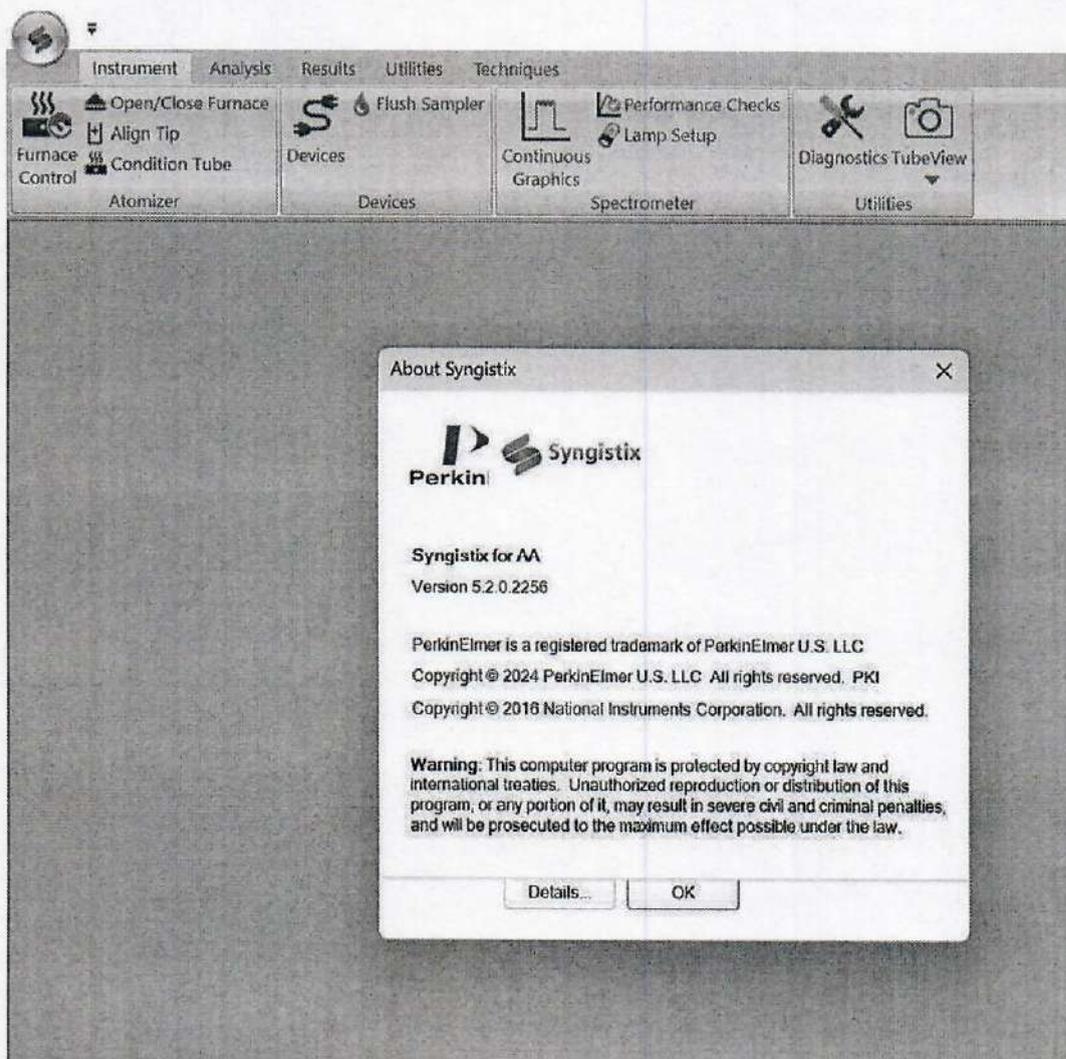


Рисунок 2 – Общий вид окна программы с идентификационными данными ПО.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Syngistix for AA
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	не ниже 5.1
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Подготовка к определению метрологических характеристик

Подготовить контрольные растворы элементов из ГСО в соответствии с Приложением А с массовыми концентрациями по таблице 5.

Таблица 5 – Массовые концентрации градуировочных и контрольных растворов, а также установки спектрометра при определении метрологических характеристик

Элемент	Массовая концентрация градуировочных и контрольных растворов, мкг/дм ³		Устанавливаемая длина волны, нм
	для пламенного атомизатора	для электротермического атомизатора	
Медь (Cu)	100; 200 ; 500	2,0; 10,0; 20,0	324,7
Цинк (Zn)	50; 100 ; 200	0,2; 0,5; 1,0	213,9
Кадмий (Cd)	100; 200 ; 500	0,5; 1,0; 2,0	228,8

Примечания к таблице:

1. В качестве контрольных растворов используются растворы с массовой концентрацией, выделенной жирным шрифтом.
2. Для электротермического атомизатора допускается приготовление градуировочных растворов с помощью автоматического разбавления головного градуировочного раствора встроенным автодозатором спектрометра. Массовые концентрации элементов головных растворов выделены в таблице жирным шрифтом.

11.2 Определение характеристической концентрации и относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности спектрометров

В соответствии с РЭ спектрометров провести градуировку спектрометра на каждый элемент поочередно в пламенном и электротермическом атомизаторах по градуировочным растворам и на длинах волн, перечисленным по таблице 5.

Для определения характеристической концентрации при пламенном способе атомизации пробы подать на вход спектрометра контрольный раствор каждого элемента и провести измерения массовой концентрации не менее 3 раз (3 реплики).

Для определения характеристической концентрации при электротермическом способе атомизации пробы поместить в графитовую кювету 20 мм³ контрольного раствора каждого элемента и провести измерения массовой концентрации для каждого элемента. Повторить измерения не менее 3 раз (3 реплики).

11.3 Определение пределов обнаружения

Для определения пределов обнаружения при пламенном способе атомизации пробы подать на вход спектрометра воду высокой чистоты и провести измерения оптической плотности D_i , для каждого элемента не менее 10 раз (10 реплик).

Для определения пределов обнаружения при электротермическом способе атомизации пробы поместить в графитовую кювету 20 мм³ воды высокой чистоты и провести измерения оптической плотности D_i для каждого элемента. Повторить измерения не менее 10 раз (10 реплик).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 На основании полученных по п.11.2 результатов измерений массовой концентрации элемента рассчитать следующие величины:

- среднее арифметическое измеренных значений массовой концентрации контрольного раствора, \bar{C} :

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

где C_i – i -ый результат измерения массовой концентрации контрольного раствора каждого элемента, мкг/дм³;

n – количество измерений, равное 3.

- среднеарифметическое измеренных значений оптической плотности \bar{D} :

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

где D_i – i -ый результат измерения оптической плотности контрольного раствора;

n – количество измерений, равное 3.

- стандартное отклонение результатов измерений массовой концентрации σ :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}}. \quad (3)$$

12.2 Определение характеристической концентрации

Характеристическую концентрацию ($C_{\text{хар}}$) определяемого элемента в мкг/дм³ вычислить по формуле:

$$C_{\text{хар}} = \frac{0,0044 \bar{C}}{\bar{D}}, \quad (4)$$

где \bar{C} – среднее значение массовой концентрации контрольного раствора, рассчитанное по формуле (1);

\bar{D} – среднее значение оптической плотности при измерении массовой концентрации контрольного раствора, рассчитанное по формуле (2).

Полученные значения характеристических концентраций элементов не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности спектрометров

Относительное СКО случайной составляющей погрешности результатов измерений массовой концентрации по каждому элементу, S , %, рассчитать по формуле:

$$S = \frac{100 \cdot \sigma}{\bar{C}}, \quad (5)$$

где \bar{C} – среднее значение массовой концентрации контрольного раствора, рассчитанное по формуле (1);

σ – стандартное отклонение результатов измерений массовой концентрации, рассчитанное по формуле (3).

Полученные значения СКО случайной составляющей погрешности спектрометров должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.4 Определение пределов обнаружения

12.4.1 На основании полученных по п.11.3 результатов измерений массовой концентрации определяемого элемента рассчитываются следующие величины:

- среднеарифметическое измеренных значений оптической плотности \bar{D}_w :

$$\bar{D}_w = \frac{\sum_{i=1}^n D_{iw}}{n}, \quad (6)$$

где D_{iw} – i -ый результат измерения оптической плотности, D ;

n – число измерений, равное 10.

- стандартное отклонение измеренных значений оптической плотности, σ_w :

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{iw} - \overline{D_w})^2}{(n-1)}}. \quad (7)$$

12.4.2 Предел обнаружения, $C_{пр}$, для каждого элемента вычисляется по формуле:

$$C_{пр} = \frac{3 \cdot \sigma_w \cdot C_{хар}}{0,0044}, \quad (8)$$

где $C_{хар}$ - характеристическая концентрация, рассчитанная для определяемого элемента по формуле (4);

σ_w – стандартное отклонение измеренных значений оптической плотности, рассчитанное по формуле (7).

Полученные значения пределов обнаружения массовой концентрации каждого из элементов должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометр и пломбирование не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

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.

Разработчик

Инженер по метрологии ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

 М.Ю. Медведевских

Приложение А
МП КРТ-07-2025
(обязательное)

**Методика приготовления градуировочных и контрольных растворов
для проверки характеристик спектрометра**

А.1 Оборудование, посуда и реактивы, используемые при приготовлении градуировочных и контрольных растворов:

Колбы мерные наливные	ГОСТ 1770;
Пипетки мерные	ГОСТ 29227;
Стаканы	ГОСТ 25336;
Кислота азотная, Х.Ч, $d = 1,42 \text{ г/см}^3$	ГОСТ 4461;
Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501.	

Стандартные образцы состава раствора ионов металла с массовой концентрацией, указанные в таблице 3:

Медь	– $1,0 \text{ мг/см}^3$	ГСО 7836-2000;
Цинк	– $1,0 \text{ мг/см}^3$	ГСО 7837-2000;
Кадмий	– $1,0 \text{ мг/см}^3$	ГСО 7874-2000.

А.2 Подготовка посуды

Новую или загрязненную посуду промыть раствором моющего средства, затем тщательно водопроводной водой, после этого прополоскать водой для лабораторного анализа. Непосредственно перед использованием посуду ополоснуть 2 раза азотной кислотой с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ М}$).

А.3 Приготовление 0,1 М раствора азотной кислоты

$6,5 \text{ см}^3$ концентрированной азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 , довести до метки водой для лабораторного анализа, перемешать.

Срок хранения раствора 3 месяца.

А.4 Приготовление градуировочных и контрольных растворов

А.4.1 Градуировочные и контрольные растворы для пламенного атомизатора готовить в соответствии с указаниями таблицы А.1, разбавляя $0,1 \text{ М}$ раствором азотной кислоты.

В качестве контрольных растворов используются растворы с массовой концентрацией, выделенной жирным шрифтом.

А.4.2 Градуировочные и контрольные растворы для электротермического атомизатора готовить в соответствии с указаниями таблицы А.2, разбавляя водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501.

Допускается приготовление градуировочных растворов с помощью автоматического разбавления головного градуировочного раствора встроенным автодозатором спектрометра. Концентрации элементов головных растворов выделены в таблице А.2 жирным шрифтом.

В качестве контрольных растворов используются растворы с концентрацией, выделенной жирным шрифтом.

В таблицах А.1 и А.2 приняты следующие обозначения:

$C_{\text{р-ра}}$ – массовая концентрация элемента в приготавливаемом растворе;

$C_{\text{исх.}}$ – массовая концентрация элемента в исходном растворе, используемом для приготовления;

$C_{\text{град.р-ра}}$ – массовая концентрация элемента в градуировочном растворе.

Вносимый объем – объем исходного раствора, вносимый с помощью пипетки в мерную колбу.

Погрешность – значение относительной погрешности массовой концентрации элемента в контрольном растворе при доверительной вероятности 0,95.

Таблица А.1 – Приготовление растворов для пламенного атомизатора

Элемент	$C_{\text{град р-ра}}$ мкг/дм ³	$C_{\text{р-ра}}$ мг/дм ³	$C_{\text{исх.}}$ мг/дм ³	Вносимый объем, см ³	Объем доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешно сть %
Cu		100	1000	5	50	3 месяца	2
Cu		10	100	5	50	10 дней	2
Cu	500	0,5	10	5	100	1 день	2
Cu	200	0,2	10	2	100	1 день	2
Cu	100	0,1	10	1	100	1 день	2
Zn		100	1000	5	50	3 месяца	2
Zn		10	100	5	50	10 дней	2
Zn	200	0,2	10	2	100	1 день	2
Zn	100	0,1	10	1	100	1 день	2
Zn	50	0,05	10	0,5	100	1 день	2
Cd		100	1000	5	50	3 месяца	2
Cd		10	100	5	50	10 дней	2
Cd	500	0,5	10	5	100	1 день	2
Cd	200	0,2	10	2	100	1 день	2
Cd	100	0,1	10	1	100	1 день	2

Таблица А.2 – Приготовление растворов для электротермического атомизатора

Элемент	$C_{\text{град р-ра}}$ мкг/дм ³	$C_{\text{р-ра}}$ мкг/дм ³	$C_{\text{исх.}}$ мкг/дм ³	Вносимый объем, см ³	Объем доведения до метки, см ³	Срок хранения	Погрешно сть %
Cu	20		1000	2	100	1 день	2
Cu	10		1000	1	100	1 день	2
Cu	2		10	5	100	1 день	2
Zn		10	1000	1	100	1 день	2
Zn	1		10	10	100	1 день	2
Zn	0,5		10	5	100	1 день	2
Zn	0,2		10	2	100	1 день	2
Cd		10	1000	1	100	1 день	2
Cd	2		10	10	50	1 день	2
Cd	1,0		10	10	100	1 день	2
Cd	0,5		10	5	100	1 день	2

А.4.3 Действительное значение массовой концентрации элементов в градуировочных, промежуточных и контрольных растворах C_i , мкг/дм³ рассчитывают по формуле:

$$C_i = C_{\text{исх}} \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (\text{А.1})$$

где $C_{\text{исх}}$ – значение массовой концентрации элемента в стандартном образце (паспорт СО) или рассчитанное значение массовой концентрации элемента в растворе, приготовленном из СО, мкг/дм³;

V_0 – объем исходного раствора стандартного образца см³;

V_k – объем приготовленного раствора (колбы), см³.