

**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»**



[Handwritten signature]

Е.П. Собина

" *декабрь* 2022 г.

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

МП 85-241-2022

Екатеринбург

2022

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 декабре 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений	
Спектрометры атомно-абсорбционные ААС. Методика поверки	МП 85-241-2022

Дата введения: декабрь 2022 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные ААС (далее - спектрометры) производства "China factory: Jiangsu Skyray Instrument Co., Ltd", Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к - ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону п единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2018 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» посредством применения ГСО 7255-96 СО состава раствора ионов меди (II) и ГСО 7472-98 СО состава раствора ионов кадмия. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа.

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 для модификации	
	ААС6000	ААС9000
Диапазон показаний оптической плотности, Б	от 0 до 2,5	
Характеристическая концентрация (чувствительность) для меди ($\lambda=324,8$ нм) с пламенным атомизатором, мкг/дм ³ , не более	35	35
Характеристическая концентрация (чувствительность) для кадмия ($\lambda=228,8$ нм) с электротермическим атомизатором при объеме дозирования 20 мм ³ , мкг/дм ³ , не более	-	2,0
Предел обнаружения меди с пламенным атомизатором (по критерию 3σ), мкг/дм ³ , не более	10	10
Предел обнаружения кадмия с электротермическим атомизатором при объеме дозирования 20 мм ³ (по критерию 3σ), мкг/дм ³ , не более	-	1,0
Относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра при измерении выходного сигнала, %, не более:	- с пламенным атомизатором	5,0
	- с электротермическим атомизатором (при объеме дозирования 20 мкл)	5,0

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 №2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования 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 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

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 средства измерений	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 +10 до +30;
- 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	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	образец состава раствора ионов меди (II): массовая концентрация ионов меди (II) от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , отн. погрешность ±1 %	стандартный образец состава раствора ионов меди (II) ГСО 7255-96
	образец состава раствора ионов кадмия: массовая концентрация ионов кадмия от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , отн. погрешность ±1 %	стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7472-98

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

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 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

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

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

9.4 Опробование

Включить спектрометр и запустить пробную процедуру измерения ГСО, указанного в разделе 6. Убедиться, что спектрометр функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения спектрометра.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при запуске ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	AAS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.3.3.150000
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение характеристической концентрации

11.1.1 Определение характеристической концентрации проводят с помощью СО состава раствора ионов меди (II) ГСО 7255-96 для спектрометров с пламенно-ионизационной атомизацией и с помощью СО состава раствора ионов кадмия ГСО 7472-98 для спектрометров с электротермической атомизацией. Длины волн для соответствующих элементов приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Длины волн, на которых проводится определение характеристической концентрации и предела обнаружения

№ п/п	Элемент	Длина волны, нм
1	Cu	324,8
2	Cd	228,8

11.1.2 В соответствии с инструкцией по применению стандартных образцов утвержденных типов приготовить поверочный раствор с массовыми концентрациями элементов 10 мкг/дм³.

11.1.3 На длине волны каждого элемента, используемого для поверки, в соответствии с руководством пользователя спектрометра провести 5-ти кратное (n=5) измерений оптической плотности атомного пара дистиллированной воды.

11.1.4 На длине волны каждого элемента, используемого для поверки, в соответствии с руководством пользователя спектрометра провести 5-ти кратное (n=5) измерений оптической плотности атомного пара поверочного раствора, приготовленного по п. 11.1.2. Объем дозирования контрольного раствора 20 мм³.

11.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра

11.2.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра проводят одновременно с определением характеристической концентрации спектрометра по п. 11.1.

11.3 Определение пределов обнаружения

11.3.1 Определение пределов обнаружения спектрометра проводят одновременно с определением характеристической концентрации спектрометра по п. 11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1, рассчитывают значение характеристической концентрации (чувствительности) по формуле

$$C = \frac{0,0044 \cdot C_A}{\bar{D} - \bar{D}_w}, \quad (1)$$

где C_A - массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мкг/дм³;

\bar{D} - среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации C_A (при $n=5$), Б;

\bar{D}_w - среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара холостой пробы (дистиллированной воды) (при $n=5$), Б.

Полученные значения характеристической концентрации должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала спектрометра по формулам:

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

$$S_0 = \frac{S}{\bar{D}} \cdot 100, \quad (3)$$

где D_i - i -ое значение оптической плотности атомного пара поверочного раствора, Б;

\bar{D} - среднее арифметическое значение оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора (при $n=5$), Б.

n - число измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала спектрометра должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 По результатам измерений, полученным по п. 11.3, рассчитывают значение пределов обнаружения (C_0 , мкг/дм³) по формуле

$$C_0 = \frac{3 \cdot S \cdot C_A}{\bar{D}}, \quad (4)$$

где C_A - массовая концентрация поверочного раствора, мкг/дм³;

\bar{D} - среднее арифметическое значением оптической плотности (D) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации C_A (при $n=5$), Б.

Полученные значения пределов обнаружения спектрометра должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометр и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

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

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

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



О.С. Голынец