

**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 – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Собина

2022 г.



**«ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные PERSEE A3.**  
**Методика поверки»**  
**МП 42-241-2022**

## 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. лаб. 241 Медведевских М.Ю.
- 3 **СОГЛАСОВАНО** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в июле 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры атомно-абсорбционные PERSEE A3 Методика поверки	МП 42-241-2022
---	----------------

## 1 Область применения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные PERSEE A3 (далее – спектрометры) производства «Beijing Purkinje General Instrument Co., Ltd», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра к Государственному первичному эталону единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018 и (или) 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 Государственным поверочным схемам, утвержденным в установленном порядке. 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 спектрометров атомно-абсорбционных PERSEE A3

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	A3F	A3G	A3AFG
Диапазон показаний оптической плотности, Б	от 0 до 3		
Характеристическая концентрация, мкг/дм <sup>3</sup> , не более с пламенным атомизатором			
Cd	30	–	30
Cu	80	–	80
Характеристическая концентрация, мкг/дм <sup>3</sup> , не более, с электротермическим атомизатором <sup>1</sup>			
Cd	–	0,06	0,06
Cu	–	0,25	0,25
Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала <sup>2</sup> , %, не более			
- с пламенным атомизатором	2,0	–	2,0
- с электротермическим атомизатором <sup>1</sup>	–	5,0	5,0
Пределы обнаружения меди Cu <sup>3</sup> , мкг/дм <sup>3</sup>			
- с пламенным атомизатором	8,0	–	8,0
- с электротермическим атомизатором <sup>1</sup>	–	0,15	0,15
Примечания к таблице:			
<sup>1</sup> характеристики приведены при объеме дозирования 20 мм <sup>3</sup>			
<sup>2</sup> характеристики приведены при концентрации, превышающей более чем в 100 раз предел обнаружения			
<sup>3</sup> характеристики приведены по критерию 3σ			

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «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 № 2605 от 01.11.2019 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах»

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

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

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

## 3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Этапы проведения поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке		Номер пункта методики поверки
	первичная	периодическая	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Проверка метрологических характеристик - проверка характеристической концентрации и относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.3
			11.4
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, допускается проведение поверки для меньшего числа измеряемых величин (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +15 °С до +25 °С;
- относительная влажность, не более 85 %.

#### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

#### 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют стандартные образцы (далее – СО), средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки и требования к ним

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 средства измерений	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	Массовая концентрация ионов кадмия 1 г/дм <sup>3</sup> , границы допустимых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая концентрация ионов кадмия 1 г/дм <sup>3</sup> , границы допустимых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000
	Массовая концентрация ионов меди 1 г/дм <sup>3</sup> , границы допустимых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава раствора ионов меди ГСО 7836-2000
	Вода для лабораторного анализа	1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005
	Колбы мерные на 500 мл, 1000 мл	2 класс точности по ГОСТ 1770
	Пипетки исполнения 1-2-1	2 класс точности по ГОСТ 29169

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений - поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

## 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 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

## 8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;

- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации;

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

## 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят подготовку спектрометра к измерениям в соответствии с РЭ.

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

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

## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Определение идентификационных данных программного обеспечения (ПО) спектрометра осуществляется следующим образом. В программном обеспечении спектрометра запустить раздел «Help – About» (обозначение А). В открывшемся окне будут приведены наименование ПО и номер версии, рисунок 1.

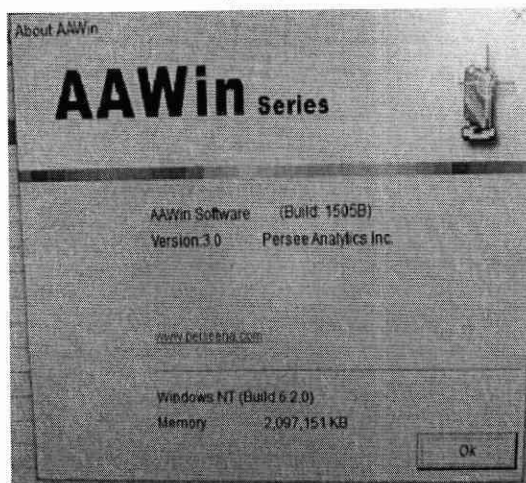


Рисунок 1 – Окно с идентификационными данными ПО спектрометра

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометров

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

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Характеристическая концентрация, пределы обнаружения, относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала определяют для двух элементов для пламенного атомизатора, для одного элемента – для электротермического атомизатора. Элементы и длины волн для проверки метрологических характеристик приведены в таблице 5. Измерения в электротермическом атомизаторе производят в соответствии с РЭ без использования матричного модификатора. Объем дозирования установить 20 мкл ( $\text{мм}^3$ ).  
Таблица 5 – Элементы и длины волн для проверки метрологических характеристик спектрометров

Элемент	Длина волны, нм
Cd	228,8
Cu	324,7

11.2 В соответствии с инструкцией по применению стандартного образца приготовить поверочные растворы с концентрациями элементов, указанными в таблице 6.

Таблица 6 – Концентрации поверочных растворов для проверки метрологических характеристик спектрометров

Элемент	Концентрации элемента в поверочном растворе, $\text{мкг/дм}^3$	
	для модификаций с пламенным атомизатором	для модификаций с электротермическим атомизатором
Cd	500	2
Cu	1000	5

### 11.3 Определение характеристической концентрации и относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала

В соответствии с РЭ провести по пять параллельных измерений оптической плотности поверочных растворов и холостой пробы (дистиллированной воды) на соответствующих длинах волн (по таблице 5). Условия проведения анализа должны соответствовать рекомендованным в РЭ (стандартным) условиям для соответствующего атомизатора.

Время одного измерения на пламенном атомизаторе – 5 секунд. Продолжительность стадии атомизации на электротермическом атомизаторе – 3 секунды.

### 11.4 Определение пределов обнаружения

При определении пределов обнаружения провести не менее десяти результатов измерений оптической плотности дистиллированной воды на спектральной линии меди ( $\lambda=324,7$  нм).

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Характеристическая концентрация рассчитывается по результатам измерений, полученным по 11.3, по формуле (1)

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

где  $C$  – массовая концентрация определяемого элемента в поверочном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>;

$D$  – среднее арифметическое значение оптической плотности ( $D$ ) атомного пара поверочного раствора массовой концентрации  $C$ , Б;

$D_{хол}$  – среднее арифметическое значение оптической плотности паров холостой пробы (дистиллированная вода), Б.

12.2 Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывается по формуле (2) по результатам измерений для раствора, для которого производился расчет характеристической концентрации

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

где  $D_i$  –  $i$ -ое значение результата измерений оптической плотности ( $D$ ) атомного пара поверочного раствора, Б;

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

$n$  – число измерений ( $n=5$ ).

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

12.3 При определении пределов обнаружения рассчитать среднее арифметическое результатов измерений, полученных по 11.4, по формуле (3) и среднеквадратичное отклонение результата единичного измерения по формуле (4):

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

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

где  $\bar{D}_w$  – среднее арифметическое значение результатов измерений оптической плотности, Б,

$D_{iw}$  – результаты  $i$ -того измерения, Б.

$n$  – число измерений (не менее 10).

Рассчитать предел обнаружения по формуле

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

где  $C_{хар}$  – рассчитанная ранее характеристическая концентрация, мкг/дм<sup>3</sup>.

Полученные значения предела обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 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 спектрометра) 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 № 2906.

И.о. зав. лабораторией 241 УНИИМ - филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ю.Медведевских