

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

2023 г.



**«ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные Sintecon AA-8.
Методика поверки»**

МП 25-241-2023

Екатеринбург
2023

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 Гольнец О.С.
- 3 **СОГЛАСОВАНО** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в мае 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры атомно-абсорбционные Sintecon AA-8. Методика поверки	МП 25-241-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные Sintecon AA-8 (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 (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176 согласно Государственной поверочной схеме, утвержденной 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 Sintecon AA-8

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	Sintecon AA-8F	Sintecon AA-8G	Sintecon AA-8FG
Диапазон показаний оптической плотности, Б	от 0 до 3		
Характеристическая концентрация, мкг/дм ³ , не более с пламенным атомизатором			
Zn	20	–	20
Pb	80	–	80
Cu	40	–	40
Характеристическая концентрация, мкг/дм ³ , не более с электротермическим атомизатором ¹			
Pb	–	0,45	0,45
Cu	–	0,25	0,25
Характеристическая концентрация, мкг/дм ³ , не более с гидридной приставкой			
Hg	0,5	–	0,5
Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала ² , %, не более			
- с пламенным атомизатором	1,5	–	1,5
- с электротермическим атомизатором ¹	–	4,0	4,0
- с гидридной приставкой	8,0	–	8,0
Пределы обнаружения ³ , мкг/дм ³ , не более с пламенным атомизатором			
Zn	10	–	10
Pb	30	–	30
Cu	12	–	12

Продолжение таблицы 1

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	Sintecon AA-8F	Sintecon AA-8G	Sintecon AA-8FG
Пределы обнаружения ³ , мкг/дм ³ , не более с электротермическим атомизатором ¹			
Pb	–	0,3	0,3
Cu	–	0,15	0,15
Пределы обнаружения ³ , мкг/дм ³ , не более с гидридной приставкой			
Hg	0,2	–	0,2
Примечания к таблице: ¹ характеристики приведены при объеме дозирования 20 мм ³ ² характеристики приведены при концентрации, превышающей более чем в 100 раз предел обнаружения ³ характеристики приведены по критерию 3σ			

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

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 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 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

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 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
Определение метрологических характеристик - характеристической концентрации и относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала - пределов обнаружения	да	да	11.3
			11.4
Подтверждение соответствия средства измерений 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 Проведение поверки не в полном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +15 °С до +30 °С;
- относительная влажность, не более 70 %.

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	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 до +30 °С с абсолютной погрешностью не более 2 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 70 % с погрешностью не более 5,0 %.	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая концентрация ионов свинца от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава водных растворов ионов свинца (комплект № 2К) ГСО 7012-93
	Массовая концентрация ионов меди от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава водного раствора ионов меди (НК ЭК) ГСО 7836-2000
	Массовая концентрация ионов цинка от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава водного раствора ионов цинка (НК ЭК) ГСО 7837-2000
	Массовая концентрация ионов ртути (II) от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	Стандартный образец состава раствора ионов ртути (II) (НК-ЭК) ГСО 7879-2001
	Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501	
	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 Средства измерений должны быть 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 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

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 массовой концентрации элементов в водных растворах.

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.

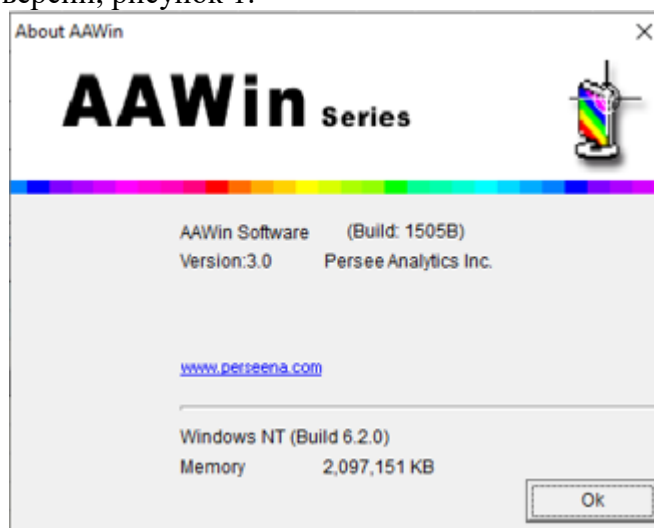


Рисунок 1 – Окно с идентификационными данными ПО спектрометра

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 Ver. 3.0
Цифровой идентификатор	–

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Характеристические концентрации, пределы обнаружения и относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала определяют на длинах волн, указанных в таблице 5. Для спектрометра с пламенным атомизатором метрологические характеристики определить для двух элементов, указанных в таблице 6. Для спектрометров с электротермическим атомизатором метрологические характеристики определить для элементов, указанных в таблице 7. Для спектрометров с гидридной приставкой метрологические характеристики определить для элементов, указанных в таблице 8. Объем дозирования установить 20 мкл (мм³).

Таблица 5 – Элементы и длины волн для определения характеристических концентраций, относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала и пределов обнаружения спектрометров

№ п/п	Элемент	Длина волны
1	Zn	213,9
2	Pb	283,3
3	Cu	324,8
4	Hg	253,7

11.2 В соответствии с инструкцией по применению стандартных образцов утверждённых типов приготовить поверочный раствор с концентрацией элементов, указанных в таблицах 6-8.

Таблица 6 – Концентрация проверочных растворов для проверки метрологических характеристик спектрометров с пламенным атомизатором

№ п/п	Элемент	Концентрация элемента в поверочном растворе (для пламенного атомизатора), мкг/дм ³
1	Zn	2500
2	Pb	2000
3	Cu	2000

Таблица 7 – Концентрация проверочных растворов для проверки метрологических характеристик спектрометров с электротермическим атомизатором

№ п/п	Элемент	Концентрация элемента в поверочном растворе (для электротермического атомизатора), мкг/дм ³
1	Pb	10
2	Cu	5

Таблица 8 – Концентрация проверочных растворов для проверки метрологических характеристик спектрометров для гидридной приставки

№ п/п	Элемент	Концентрация элемента в поверочном растворе (для гидридной приставки), мкг/дм ³
1	Hg	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 каждого элемента, используемого для поверки.

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/дм³;
 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 значение оптической плотности паров холостой пробы (дистиллированная вода) $D_{хол}$, полученных по 11.3, по формуле (3) и среднеквадратичное отклонение результата единичного измерения по формуле (4):

$$D_{хол} = \frac{\sum_{i=1}^n D_{холi}}{n} \quad (3)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{холi} - D_{хол})^2}{(n-1)}}, \quad (4)$$

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

$D_{холi}$ – результаты i -го измерения оптической плотности паров холостой пробы, Б.

n – число измерений (не менее 10).

Рассчитать предел обнаружения по формуле (5):

$$C_{np} = \frac{3 \cdot \sigma \cdot C_{x\text{ ар}}}{0,0044} \quad (5)$$

где $C_{x\text{ ар}}$ – рассчитанная ранее характеристическая концентрация, мкг/дм³.

Полученные значения предела обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 По результатам поверки оформляют протокол поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

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

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометра признают непригодными к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.6 По заявлению заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы, при отрицательных – извещение о непригодности установленной формы.

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



О.С. Голынец