

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГБУ "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ "ВНИИМС"**



А.Е. Коломин

" *26* " *апреля* 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры атомно-абсорбционные Atom 3000

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 205-28-2023
с изменением № 1**

**г. Москва
2024 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры атомно-абсорбционные Atom 3000 (далее – спектрофотометры), изготовленные фирмой «Beijing Beifen-Ruili Analytical Instrument (Group) Co., Ltd.», Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ реализуется посредством применения ГСО:

- к единице массовой (молярной) концентрации в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	10	Да	Да
- определение предела обнаружения	10.1	Да	Да
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	10.2	Да	Да
- подтверждение соответствия спектрофотометра метрологическим требованиям	10.3	Да	Да
Оформление результатов поверки	11	Да	Да

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка по меньшему числу контрольных элементов и/или для одного типа атомизатора (для модификации с двумя атомизаторами) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего СИ на поверку.

Информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +30
- относительная влажность воздуха, % до 85

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

4.2 Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3, 8, 11	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °C до +30 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 85 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %.	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13.
Стандартные образцы, средства измерений, мерная посуда, вспомогательные средства, реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений		
11	Контрольные растворы ионов меди, магния, цинка, кадмия с массовой концентрацией, указанной в таблицах 3 и 4	Контрольные растворы, приготовленные из ГСО 7255-96, ГСО 7190-95, ГСО 7256-96, ГСО 7874-2000 по методике, приведенной в приложении А.
	Колбы мерные наливные 2-100-2, ГОСТ 1770-74. Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, ГОСТ 29227-91. Вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005. Кислота азотная ОСЧ, ГОСТ 11125-84.	

Таблица 3

Пламенный атомизатор						
Номер контрольного раствора	№ 1	№ 2	№ 3	№ 6	№ 7	№ 8
Контрольный компонент	Медь	Магний	Цинк	Медь	Магний	Цинк
Массовая концентрация контрольного компонента в растворе, мг/дм ³	0,1	0,05	0,05	1	0,2	0,2

Таблица 4

Электротермический атолизатор			
Номер контрольного раствора	№ 4	№ 5	№ 9
Контрольный компонент	Кадмий	Медь	Медь
Массовая концентрация контрольного компонента в растворе, мкг/дм ³	0,5	2	5

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ спектрофотометра.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого спектрофотометра требованиям технической документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность спектрофотометра.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Готовят контрольные растворы, указанные в таблицах 3 и 4. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.1.2 Перед проведением поверки спектрофотометр готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.1.3 Опробование спектрофотометра проводится в автоматическом режиме посредством прохождения инициализации. Результаты опробования считают положительными, если пройдены все пункты инициализации.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Для определения идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) запускают ПО спектрофотометра, открывают вкладку «Справка (H)» («Help (H)»), в выпадающем списке выбирают «SILab WSA» («About (A)»). В открывшемся окне высвечивается наименование и номер версии ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 5.

Таблица 5 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SILab WSA
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.1.1*
Цифровой идентификатор ПО	-
*После последней цифры номера версии, указанной в таблице, допускаются дополнительные цифровые, буквенные суффиксы и/или тире, дефис.	

9.2 Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 5.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение предела обнаружения

10.1.1 Определяют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (N), используя фоновый раствор. В качестве фонового раствора используют воду для лабораторного анализа или 0,1 М раствор азотной кислоты. Проводят не менее 6 измерений абсорбции при введении фонового раствора. Уровень флуктуационных шумов (N) принимают равным среднему квадратическому отклонению (S) результатов измерений абсорбции фонового раствора, которое рассчитывается с помощью программного обеспечения или по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_{i,0} - \bar{X}_0)^2}{(n-1)}}, \quad (1)$$

где $X_{i,0}$, $\bar{X}_0$ – i -тое и среднее значения абсорбции при введении фонового раствора.
 n – количество измерений.

10.1.2 Предел обнаружения (C_n) принимают равным значению массовой концентрации в три раза превышающей уровень шума. Предел обнаружения рассчитывают с помощью программного обеспечения или по формуле

$$C_n = \frac{3N \cdot C_i}{\bar{X}}, \quad (2)$$

где $\bar{X}$ – среднее значение абсорбции при введении контрольного раствора;
 C_i – массовая концентрация i -ого контрольного компонента в контрольном растворе.

10.1.3 Определение предела обнаружения спектрофотометра при использовании пламенного атомизатора

10.1.3.1 Определение предела обнаружения спектрофотометра по меди проводят при следующих условиях: длина волны 324,7 нм, спектральная ширина щели 0,4 нм, тип пламени ацетилен-воздух, массовая концентрация меди в растворе (C_1) 0,1 мг/дм³ (контрольный раствор № 1). Перед проведением измерений абсорбции контрольного раствора № 1 проводят измерения в соответствии с 10.1.1 и рассчитывают предел обнаружения (C_n , мкг/дм³) в соответствии с 10.1.2.

10.1.3.2 Определение предела обнаружения спектрофотометра по магнию проводят при следующих условиях: длина волны 285,2 нм, спектральная ширина щели 0,4 нм, тип пламени ацетилен-воздух, массовая концентрация магния в растворе 0,05 мг/дм³ (контрольный раствор № 2). Перед проведением измерений абсорбции контрольного раствора № 2 проводят измерения в соответствии с 10.1.1 и рассчитывают предел обнаружения (C_n , мкг/дм³) в соответствии с 10.1.2.

10.1.3.3 Определение предела обнаружения спектрофотометра по цинку проводят при следующих условиях: длина волны 213,9 нм, спектральная ширина щели 0,4 нм, тип пламени ацетилен-воздух, массовая концентрация цинка в растворе 0,05 мг/дм³ (контрольный раствор № 3). Перед проведением измерений абсорбции контрольного раствора № 3 проводят измерения в соответствии с 10.1.1 и рассчитывают предел обнаружения (C_n , мкг/дм³) в соответствии с 10.1.2.

10.1.4 Определение предела обнаружения спектрофотометра при использовании электротермического атомизатора

Условия проведения анализа должны соответствовать рекомендованным в РЭ условиям для соответствующего элемента. При определении предела обнаружения при использовании электротермического атомизатора допускается использование матричных модификаторов.

10.1.4.1. Определение предела обнаружения спектрофотометра по кадмию проводят при следующих условиях: длина волны 228,8 нм, спектральная ширина щели 0,4 нм, массовая концентрация кадмия в растворе 0,5 мкг/дм³ (контрольный раствор № 4). Перед проведением измерений абсорбции контрольного раствора № 4 проводят измерения в соответствии с 10.1.1 и рассчитывают предел обнаружения (C_n , мкг/дм³) в соответствии с 10.1.2.

10.1.4.2 Определение предела обнаружения спектрофотометра по меди проводят при следующих условиях: длина волны 324,7 нм, спектральная ширина щели 0,4 нм, массовая концентрация меди в растворе 2 мкг/дм³ (контрольный раствор № 5). Перед проведением измерений абсорбции контрольного раствора № 5 проводят измерения в соответствии с 10.1.1 и рассчитывают предел обнаружения (C_n , мкг/дм³) в соответствии с 10.1.2.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

10.2.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала при использовании пламенного атомизатора

Измерения проводят с помощью контрольных растворов с массовой концентрацией меди 1 мкг/дм³ (контрольный раствор № 6), с массовой концентрацией магния 0,2 мкг/дм³ (контрольный раствор № 7), с массовой концентрацией цинка 0,2 мкг/дм³ (контрольный раствор № 8). Условия измерений задают в соответствии с 10.1.3.1 - 10.1.3.3 настоящей методики проверки. Проводят не менее 6 измерений абсорбции соответствующего контрольного раствора.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают с помощью программного обеспечения или по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где n – количество измерений;

X_i – i -тое значение абсорбции контрольного раствора;

$\bar{X}$ – среднее значение абсорбции контрольного раствора.

10.2.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала при использовании электротермического атомизатора

Измерения проводят с помощью контрольных растворов с массовой концентрацией кадмия 0,5 мкг/дм³ (контрольный раствор № 4), с массовой концентрацией меди 5 мкг/дм³ (контрольный раствор № 9). Условия проведения анализа должны соответствовать условиям, рекомендованным в РЭ для соответствующего элемента и 10.1.4.1 - 10.1.4.2 настоящей методики проверки. Проводят не менее 6 измерений абсорбции соответствующего контрольного раствора и рассчитывают среднее квадратическое отклонение выходного сигнала.

10.3 Подтверждение соответствия спектрофотометра метрологическим требованиям

Спектрофотометр соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, если полученные значения пределов обнаружения и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не превышают значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение		
	модификация Atom 3000F	модификация Atom 3000G	модификация Atom 3000FG
Предел обнаружения, не более - для пламенного атомизатора (по критерию 3σ), мкг/дм ³			
медь	7,0	-	7,0
магний	6,0	-	6,0
цинк	6,0	-	6,0
- для электротермического атомизатора (по критерию 3σ), мкг/дм ³	-		
медь	-	0,15	0,15
кадмий	-	0,12	0,12
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %, не более:			
- для пламенного атомизатора	3	-	3
- для электротермического атомизатора	-	5	5

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки спектрофотометра заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.3 На спектрофотометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ****А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

А.1.1 ГСО 7255-96 состава раствора ионов меди, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 1\%$.

А.1.2 ГСО 7190-95 состава раствора ионов магния, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 1\%$.

А.1.3 ГСО 7256-96 состава раствора ионов цинка, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 1\%$.

А.1.4 ГСО 7874-2000 состава раствора ионов кадмия, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более $\pm 1\%$.

А.1.5 Колбы мерные наливные 2-100-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.6 Пипетки градуированные вместимостью 0,5, 1,0, 5,0 и 10 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 либо дозатор пипеточный одноканальный с допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности не более 2 %.

А.1.7 Вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005.

А.1.8 Кислота азотная ОСЧ, ГОСТ 11125-84.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление промежуточного раствора ионов меди №1 с номинальной массовой концентрацией 10 мг/дм³

Пипеткой отбирают 1 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов меди (ГСО 7255-96) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.2 Приготовление промежуточного раствора ионов магния №1 с номинальной массовой концентрацией 10 мг/дм³

Пипеткой отбирают 1 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов магния (ГСО 7190-95) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.3 Приготовление промежуточного раствора ионов цинка №1 с номинальной массовой концентрацией 10 мг/дм³

Пипеткой отбирают 1 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов цинка (ГСО 7256-96) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.4 Приготовление промежуточного раствора №1 ионов кадмия с номинальной массовой концентрацией 10 мг/дм³

Пипеткой отбирают 1 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов кадмия (ГСО 7874-2000) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.5 Приготовление промежуточного раствора №2 ионов кадмия с номинальной массовой концентрацией 0,1 мг/дм³

Пипеткой отбирают 1 см³ промежуточного раствора №1 ионов кадмия и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.6 Приготовление контрольного раствора №1 ионов меди с массовой концентрацией $0,1 \text{ мг/дм}^3$

Отбирают 1 см^3 промежуточного раствора №1 ионов меди и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.7 Приготовление контрольного раствора №2 с массовой концентрацией ионов магния $0,05 \text{ мг/дм}^3$

Пипеткой отбирают $0,5 \text{ см}^3$ промежуточного раствора ионов магния №1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.8 Приготовление контрольного раствора №3 с массовой концентрацией ионов цинка $0,05 \text{ мг/дм}^3$

Пипеткой отбирают $0,5 \text{ см}^3$ промежуточного раствора ионов цинка № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.9 Приготовление контрольного раствора №4 с массовой концентрацией ионов кадмия $0,5 \text{ мкг/дм}^3$

Пипеткой отбирают $0,5 \text{ см}^3$ промежуточного раствора ионов кадмия №2 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.10 Приготовление контрольного раствора №5 с массовой концентрацией меди 2 мкг/дм^3

Пипеткой отбирают 2 см^3 контрольного раствора ионов меди №1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.11 Приготовление контрольного раствора №6 с массовой концентрацией ионов меди 1 мг/дм^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 промежуточного раствора ионов меди №1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.12 Приготовление контрольного раствора №7 с массовой концентрацией ионов магния $0,2 \text{ мг/дм}^3$

Пипеткой отбирают 2 см^3 промежуточного раствора ионов магния №1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.13 Приготовление контрольного раствора №8 с массовой концентрацией ионов цинка $0,2 \text{ мг/дм}^3$

Пипеткой отбирают 2 см^3 промежуточного раствора ионов цинка №1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.14 Приготовление контрольного раствора № 9 с массовой концентрацией ионов меди 5 мкг/дм^3

Пипеткой отбирают 5 см^3 контрольного раствора ионов меди № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации элемента в растворе C_i , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_i = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_K}$$

где C_0 – аттестованное значение массовой концентрации компонента в соответствии с паспортом стандартного образца, мг/дм³;

V_0 – объём отобранного раствора стандартного образца, см³;

V_K – объём приготовленного раствора (ёмкость колбы), см³;

Примечание – Допускается приготовление контрольных растворов путём последовательного разбавления соответствующих стандартных образцов раствора элемента водой для лабораторного анализа.

А.3 ХРАНЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.3.1 Все контрольные растворы использовать свежеприготовленными.