

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

СОГЛАСОВАНО

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»**


_____ **А.Е. Коломин**
" 05 " _____ 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры атомно-абсорбционные Atom FC

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 205-28-2024**

**г. Москва
2024 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры атомно-абсорбционные Atom FC (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 обеспечивается:

- к единице массовой доли (%), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 176-2019 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, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО.

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	Обязательность выполнения операций поверки при	
		первичной поверке	периодической поверке
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 Первичная поверка проводится в соответствии с комплектацией, заявленной Заказчиком.

Периодическая поверка по меньшему числу контрольных элементов и/или для одного типа пламени в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным Приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «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 его на поверку.

Информация об объеме проведённой поверки передаётся 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, °С | 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 (под контролем поверителя).

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, 10	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С. 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.		
10	Контрольные растворы ионов меди и свинца с массовой концентрацией, указанной в таблице 3. Колбы мерные наливные 2-100-2, ГОСТ 1770-74. Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-10, 1-2-2-25, ГОСТ 29227-91. Вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005. Кислота азотная ОСЧ, ГОСТ 11125-84.	Контрольные растворы, приготовленные из ГСО 7764-2000, ГСО 7252-96 по методике, приведенной в приложении А.

Таблица 3

Номер контрольного раствора	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
Контрольный компонент	Медь	Медь	Свинец	Свинец
Массовая концентрация контрольного компонента в растворе, мг/дм ³	0,1	1	0,5	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 эксплуатационной 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 таблице 3. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

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

8.1.3 Опробование спектрофотометра проводится в автоматическом режиме посредством прохождения проверки при запуске программного обеспечения. Результаты опробования считают положительными, если в программном обеспечении отсутствуют сообщения об ошибках.

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 WSAF» («About (A)»). В открывшемся окне высвечивается наименование и номер версии ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SILab WSAF
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 проверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

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 -ое 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 контрольного компонента при введении контрольного раствора,

C_i – массовая концентрация i -ого контрольного компонента в контрольном растворе.

10.1.3 Определение предела обнаружения спектрофотометра по меди проводят с использованием контрольного раствора с массовой концентрацией меди 0,1 мг/дм³ (контрольный раствор № 1) на длине волны 324,7 нм, тип пламени ацетилен-воздух и/или пропан-бутан-воздух в зависимости от комплектации. 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.

10.1.4 Определение предела обнаружения спектрофотометра по свинцу проводят с использованием контрольного раствора с массовой концентрацией свинца в растворе 0,5 мг/дм³ (контрольный раствор № 3) на длине волны 217,0 нм, тип пламени ацетилен-воздух и/или пропан-бутан-воздух. 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.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Измерения проводят с помощью контрольных растворов с массовой концентрацией меди 1 мг/дм³ (контрольный раствор № 2) и с массовой концентрацией свинца 5 мг/дм³ (контрольный раствор № 4), при длинах волн 324,7 и 217,0 нм соответственно и типе пламени ацетилен-воздух и/или пропан-бутан-воздух. 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;

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

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 5.

Таблица 5 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	для пламени ацетилен-воздух	для пламени пропан-бутан-воздух
Предел обнаружения (по критерию 3σ), мкг/дм ³ , не более		
медь	8	10
свинец	30	45
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	1,5	1,8

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 7764-2000 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 7252-96 состава раствора ионов свинца, 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 Колбы мерные наливные 2-100-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.4 Пипетки градуированные вместимостью 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-10, 1-2-2-25, ГОСТ 29227-91.

А.1.5 Вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005.

А.1.6 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 7764-2000) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.2 Приготовление промежуточного раствора ионов свинца № 1 с номинальной массовой концентрацией 20 мг/дм³

Пипеткой отбирают 2 см³ стандартного образца состава водного раствора ионов свинца (ГСО 7252-96) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.3 Приготовление контрольного раствора № 1 ионов меди с массовой концентрацией 0,1 мг/дм³

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

А.2.4 Приготовление контрольного раствора № 3 с массовой концентрацией ионов свинца 0,5 мг/дм³

Пипеткой отбирают 2,5 см³ промежуточного раствора ионов свинца № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.5 Приготовление контрольного раствора № 2 с массовой концентрацией ионов меди 1 мг/дм³

Пипеткой отбирают 10 см³ промежуточного раствора ионов меди № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.6 Приготовление контрольного раствора № 4 с массовой концентрацией ионов свинца 5 мг/дм³

Пипеткой отбирают 25 см³ промежуточного раствора ионов свинца № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой, тщательно перемешивают.

А.2.7 Действительное значение массовой концентрации элемента в растворе C_i мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_i = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (\text{A.1})$$

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 (емкость колбы), см³.

Приготовление контрольных растворов выполняется путём последовательного разбавления растворов, приготовленных из стандартных образцов, водой для лабораторного анализа.

При приготовлении контрольных растворов разрешается добавлять азотную кислоту.

А.3 ХРАНЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.3.1 Хранение контрольных растворов не предусмотрено. Все контрольные растворы используют свежеприготовленными.

Примечание – Допускается приготовление контрольных растворов путем последовательного объемного разбавления исходных стандартных образцов водой для лабораторного анализа, используя иной шаг разбавления.