

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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. Соби́на

" 22 " 09 2025 г.

«ГСИ. Спектрометры атомно-абсорбционные ЛТ.
Методика поверки»

МП 63-251-2024

г. Екатеринбург
2025 г.

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	5
3 Перечень операций поверки средства измерений	5
4 Требования к условиям проведения поверки	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8 Внешний осмотр средства измерений	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13 Оформление результатов поверки	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-абсорбционные LT (далее – спектрометры). Спектрометры подлежат первичной и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость спектрометров обеспечивается к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» (в редакции приказа Росстандарта от 17.05.2021 № 761

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 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 модели		
	LT-2F	LT-2GF	LT-2FGF
Характеристическая концентрация при пламенном способе атомизации пробы, мкг/дм ³ , не более:			
– медь (Cu)	30	–	30
– кадмий (Cd)	25	–	25
Характеристическая концентрация при электро-термическом способе атомизации пробы, мкг/дм ³ , не более ¹⁾ :			
– медь (Cu)	–	0,30	0,30
– кадмий (Cd)	–	0,04	0,04
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ) при пламенном способе атомизации пробы, мкг/дм ³ , не более:			
– медь (Cu)	5	–	5
– кадмий (Cd)	4	–	4
Предел обнаружения элементов (по критерию 3σ) при электротермическом способе атомизации пробы, мкг/дм ³ , не более ¹⁾ :			
– медь (Cu)	–	0,08	0,08
– кадмий (Cd)	–	0,20	0,20
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов, %:			
– с пламенным атомизатором	3	–	3
– с электротермическим атомизатором ¹⁾	–	3	3
¹⁾ при объеме измеряемой пробы 20 мм ³			

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;
- 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 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования;
- ГОСТ 4461-77 «Реактивы. Кислота азотная. Технические условия»;
- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

3 Перечень операций поверки средства измерений

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 средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение характеристической концентрации и пределов обнаружения элементов	да	да	11.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае, невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для спектрометров, оснащенных пламенным и электротермическим атомизаторами, только для одного из способов атомизации пробы (поверка в сокращенном объеме). Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в

сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от + 15 до + 25
- относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на спектрометры и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °C до плюс 40 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец состава водных растворов ионов кадмия, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов кадмия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более ± 1 %; Стандартный образец состава водного раствора ионов меди, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации меди от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ не более ± 1 %;	ГСО 11255-2018 ГСО 7472-98 ГСО 10942-2017 ГСО 7255-96 ГСО 8210-2002
	Градуированные пипетки не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91	Градуированные пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91
	Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы с действующим паспортом, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра.

9.3 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

9.4 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 Готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра: в строке команд выбирают «Help» пункт меню «About AAZPro». Наименование и номер версии ПО спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модели		
	LT-2GF	LT-2F	LT-2FGF
Идентификационное наименование ПО	AAZPro		
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	V2.X*		
Цифровой идентификатор ПО	—		

* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и может принимать численные значения от 0 до 9999, буквенные символы от а до z, математические и пунктуационные знаки.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение характеристической концентрации и предела обнаружения элементов

11.1.1 Последовательно подавая на вход спектрометра:

– контрольный раствор № 1 и контрольный раствор № 2, измерить оптическую плотность кадмия и меди на длинах волн 228,8 нм и 324,8 нм не менее 10 раз (10 реплик) для пламенного способа атомизации пробы;

– контрольный раствор № 1 и контрольный раствор № 3 (объем дозирования проб – 20 мм³), измерить оптическую плотность кадмия и меди на длинах волн 228,8 нм и 324,8 нм не менее 10 раз для электротермического способа атомизации пробы.

Результаты измерений оптической плотности занести в протокол произвольной формы. При помощи ПО спектрометра построить градуировочные зависимости для каждого анализируемого элемента при каждом способе атомизации.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов

11.2.1 Для пламенного способа атомизации пробы подать на вход спектрометра контрольный раствор № 2, приготовленный в соответствии с приложением А настоящей методики поверки. В соответствии с построенными по п. 11.1.1 градуировочными зависимостями провести измерения массовой концентрации кадмия и меди на длинах волн 228,8 нм и 324,8 нм, соответственно, не менее 10 раз (10 реплик). Результаты измерений массовой концентрации элементов занести в протокол произвольной формы.

11.2.2 Для электротермического способа атомизации пробы поместить в графитовую кювету 20 мм³ контрольного раствора № 3, приготовленного в соответствии с приложением А настоящей методики поверки. В соответствии с построенными по п. 11.1.1 градуировочными зависимостями провести измерения массовой концентрации кадмия и меди на длинах волн 228,8 нм и 324,8 нм, соответственно. Повторить измерения не менее 10 раз. Результаты измерений массовой концентрации элементов занести в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать значения характеристической концентрации, $C_{\text{хар}}$, мкг/дм³, по формуле

$$C_{\text{хар}i} = \frac{0,0044 \cdot C_i}{\bar{D}_i - \bar{D}_{\text{хол}i}}, \quad (1)$$

где C_i – массовая концентрация i -ого элемента в контрольном растворе № 2 или № 3 (в зависимости от способа атомизации пробы), мкг/дм³, рассчитанная в соответствии с приложением А настоящей методики поверки;

$\bar{D}_{\text{хол}i}$ – среднее арифметическое значение оптической плотности i -ого элемента в холостой пробе (контрольном растворе № 1), Б, рассчитанное по формуле

$$\bar{D}_{\text{хол}i} = \frac{\sum_{j=1}^n D_{\text{хол}ij}}{n}, \quad (2)$$

где $D_{\text{хол}ij}$ – j -ый результат измерений оптической плотности i -ого элемента в холостой пробе (контрольном растворе № 1), Б;

n – количество измерений;

$\bar{D}_i$ – среднее арифметическое значение оптической плотности i -ого элемента в контрольном растворе № 2 или № 3 (в зависимости от способа атомизации пробы), Б, рассчитанное по формуле

$$\bar{D}_i = \frac{\sum_{j=1}^n D_{ij}}{n}, \quad (3)$$

где D_{ij} – j -ый результат измерений оптической плотности i -ого элемента в контрольном растворе № 2 или № 3 (в зависимости от способа атомизации пробы), Б.

Полученные значения характеристической концентрации для каждого элемента и способа атомизации должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12.2 Используя данные, полученные в п. 11.1 и рассчитанные по п. 12.1 настоящей методики поверки, рассчитать значения предела обнаружения, $ПО_{i1}$, мкг/дм³, по формуле

$$ПО_{i1} = \frac{3 \cdot S_{\text{хол}i} \cdot C_{\text{хар}i}}{0,0044}, \quad (4)$$

где $S_{\text{хол}i}$ – среднее квадратическое отклонение результатов измерений оптической плотности i -ого элемента в холостой пробе (контрольном растворе № 1), Б, рассчитанное по формуле

$$S_{\text{хол}i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (D_{\text{хол}ij} - \bar{D}_{\text{хол}i})^2}{n - 1}}. \quad (5)$$

Полученные значения предела обнаружения по п. 12.2 для каждого элемента и способа атомизации должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12.3 Используя данные, полученные в п. 11.2 настоящей методики поверки, рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой концентрации элементов, S_i , %, при помощи ПО спектрометров или по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{C}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n - 1}}, \quad (6)$$

где C_{ij} – j -й результат измерений массовой концентрации i -ого элемента в контрольном растворе № 2 или № 3 (в зависимости от способа атомизации пробы), мкг/дм³;

$\bar{C}_i$ – среднеарифметическое результатов измерений массовой концентрации i -ого элемента в контрольном растворе № 2 или № 3 (в зависимости от способа атомизации пробы), мкг/дм³.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации элементов должны соответствовать требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование спектрометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные о модели спектрометра и использованном способе атомизации.

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.В.Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольных растворов используются стандартные образцы растворов элементов по п. 6 настоящей методики поверки, мерные колбы вместимостью 50 и 100,0 см³ не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 1 и 10 см³ не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, азотная кислота х.ч. по ГОСТ 4461-77.

А.1 Контрольный раствор № 1 представляет собой воду для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005. Контрольные растворы № 2 и № 3 готовят путем последовательного объемного разбавления исходных стандартных образцов растворов элементов.

А.2 Приготовление промежуточного водного раствора меди с массовой концентрацией 10 мг/дм³

При помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см³ отбирают 1,0 см³ от стандартного образца раствора меди (ГСО 10942-2017) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

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

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

где C_0 – аттестованное значение массовой концентрации стандартного образца раствора элемента (паспорт ГСО), мг/дм³;

V_0 – объем исходного раствора стандартного образца см³;

V_k – объем приготовленного раствора (колбы), см³.

А.3 Приготовление промежуточного водного раствора кадмия с массовой концентрацией 10 мг/дм³

При помощи градуированной пипетки вместимостью 1,0 см³ отбирают по 1,0 см³ от стандартного образца раствора кадмия (ГСО 11255-2018) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации кадмия в промежуточном растворе рассчитывают по аналогии с формулой (А.1), используя для расчета аттестованное значение массовой концентрации кадмия в стандартном образце (паспорт ГСО).

А.4 Приготовление двухэлементного контрольного раствора меди и кадмия для пламенного способа атомизации пробы

А.4.1 Контрольный раствор № 2 представляет собой двухэлементный водный раствор меди и кадмия с массовой концентрацией элементов 500 и 250 мкг/дм³, соответственно.

Для приготовления контрольного раствора № 2 при помощи градуированной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают 5 см³ от промежуточного раствора меди по п. А.2; 2,5 см³ от промежуточного раствора кадмия по п. А.3 и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации меди и кадмия в контрольном растворе № 2 рассчитывают по аналогии с формулой (А.1), используя для расчета действительные значения массовой концентрации меди и кадмия в промежуточных растворах по пп. А.2-А.3.

А.5 Приготовление двухэлементного промежуточного раствора меди и кадмия для электротермического способа атомизации

А.5.1 Приготовление промежуточного раствора меди и кадмия с массовой концентрацией каждого элемента 100 мкг/дм³.

При помощи градуированной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают 1 см³ от промежуточного раствора кадмия (по п. А.3), 1 см³ от промежуточного раствора меди (по п. А.2) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации кадмия и меди в промежуточном растворе рассчитывают по аналогии с формулой (А.1), используя для расчета действительное значение массовой концентрации кадмия в промежуточном растворе по п. А.3 и действительное значение массовой концентрации меди в промежуточном растворе по п. А.2.

А.6 Контрольный раствор № 3 представляет собой водный раствор кадмия и меди с массовой концентрацией каждого элемента 1 мкг/дм³

Для приготовления контрольного раствора № 3 при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают 1 см³ промежуточного раствора меди и кадмия (по п. А.5) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до метки водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации меди и кадмия в контрольном растворе № 3 рассчитывают по аналогии с формулой (А.1), используя для расчета действительное значение массовой концентрации меди и кадмия в промежуточном растворе по п. А.5.

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов не превышает 2 %.

Примечание – Допускается приготовление контрольных растворов № 2 и № 3 путем последовательного объемного разбавления исходных стандартных образцов растворов элементов водой по ГОСТ Р 52501-2005, используя иной шаг разбавления.