

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов
«03» апреля 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрофотометры микропланшетные
ЕРОСН, ЕРОСН2**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 023.Д4-19**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«05» 04 2019 г.

Москва
2019 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрофотометры микропланшетные ЕРОСН, ЕРОСН2 (далее – спектрофотометры), предназначенные для измерений оптической плотности исследуемых образцов различного происхождения и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции выполнения поверок

Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции при поверки	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	8.4		
Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности установки длины волны	8.4.1	Да	Да
Определение диапазона измерений оптической плотности в спектральном диапазоне от 340 до 750 нм	8.4.2	Да	Да
Определение абсолютной и относительной погрешности измерений оптической плотности в спектральном диапазоне от 340 до 750 нм	8.4.3	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Наименование средств поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	Комплект светофильтров КНС-10.5., рег. 65272-16, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения длин волн максимумов полос поглощения светофильтра НГГ $\pm 0,15$ нм в УФ видимом диапазоне, $\pm 0,3$ нм в ИК диапазоне. Рабочий диапазон длин волн от 260 до 2500 нм.
8.4.2 – 8.4.3	Комплект светофильтров поверочный КСП-02 рег №38817-08, Пределы допускаемой абсолютной погрешности значений спектральной оптической плотности светофильтров: $\pm 0,003$ Б в диапазоне от 0,030 до 1,000 Б, $\pm 0,006$ Б в диапазоне от 1,001 до 2,000 Б; $\pm 0,025$ Б в диапазоне от 2,001 до 3,000 Б; $\pm 0,09$ Б в диапазоне от 3,001 до 4,000 Б

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрофотометров с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации спектрофотометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 Спектрофотометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям поверки для легких физических работ.

5.2 При выполнении поверки должны соблюдаться требования по ГОСТ Р 12.1.019-2017, а также требования руководства по эксплуатации спектрофотометров.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106.

6.2 Спектрофотометры не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей.

6.3 Рядом со спектрофотометрами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Изучить руководство по эксплуатации спектрофотометров.

7.2 Выдержать спектрофотометр в течение 3 часов в условиях указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

7.3 Подключить спектрофотометр к источнику переменного тока при помощи шнура электропитания из его комплекта, присоединяемого к сетевому разъему на левой боковой панели прибора.

7.4 В случае управления прибором посредством персонального компьютера (ПК) подключить спектрофотометр к ПК с помощью USB разъема на левой боковой панели и кабеля USB из его комплекта.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрофотометра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрофотометра;

- соответствие комплектности спектрофотометра требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);

- отсутствие на наружных поверхностях спектрофотометра повреждений, влияющих на его работоспособность;

8.1.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование спектрофотометра проводится путём включения спектрофотометра в соответствии с указаниями, приведёнными в руководстве по эксплуатации.

8.2.1.1 Выполнить вход в операционную систему и в программу управляющего программного обеспечения Gen 5.

8.2.2 Спектрофотометр считают прошедшим операцию поверки, если процедура самопроверки спектрофотометра прошла с положительным результатом и на мониторе подключенного к спектрофотометру ПК отсутствуют сообщения об ошибках.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрофотометры. Номер версии ПО указан при загрузке программного обеспечения в верхней части экрана спектрофотометра или монитора ПК, подключенного к спектрофотометру

8.3.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Gen5
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.0
Цифровой идентификатор ПО	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности установки длины волны

Определение спектрального диапазона совмещается с операцией определения абсолютной погрешности установки длины волны.

Определение абсолютной погрешности установки длины волны проводится путем трехкратного сканирования спектра поглощения светофильтра из стекла НГГ из Комплекта светофильтров КНС-10.5.

Для сканирования спектра светофильтра из стекла НГГ из комплекта светофильтра КНС 10.5 в спектрофотометре модели ЕРОСН необходимо положить указанный светофильтр горизонтально в рамку для набора КСП-02, как показано на рис. 1. Для расчетов использовать данные по спектру, полученному для ячейки А1. Для моделей ЕРОСН2, ЕРОСН2Т, ЕРОСН2С, ЕРОСН2ТС светофильтр из стекла НГГ установить в кюветное отделение для прямоугольных кювет, рис. 2.

Чтобы провести сканирование необходимо открыть программное обеспечение Gen5. Открыть меню «System» и выбрать «Diagnostics, Run Universal Plate Test». Выбрать «Universal Plate», нажать «Perform Peak Wavelength» нажать «Run Test».

8.4.1.1 Для каждого максимума полос поглощения полученного в результате сканирования производится расчет среднего арифметического значения длины волны, λ_{cp} , нм, по формуле.

$$\lambda_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^3 \lambda_i}{3}, \quad (1)$$

где λ_i – текущее значение длины волны максимума полосы поглощения, нм.

8.4.1.2 Рассчитывают абсолютную погрешность установки длины волны спектрофотометров, Δ , нм, по формуле

$$\Delta = \lambda_{attm} - \lambda_{cp}, \quad (2)$$

где λ_{attm} – аттестованные длины волн максимумов полос спектра поглощения светофильтра НГГ, взятые из свидетельства о поверке, нм.

8.4.1.3 Спектрофотометр считается прошедшим операцию поверки, если рассчитанное значение абсолютной погрешности установки длины волны спектрофотометров не превышает ± 2 нм, а спектральный диапазон длин волн составляет от 200 до 999 нм.

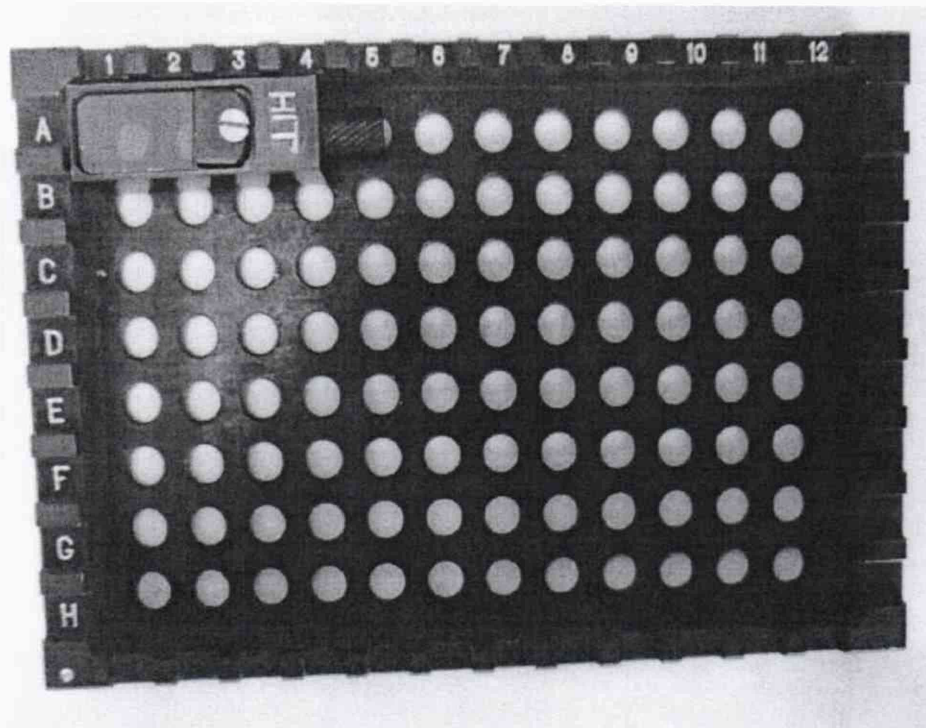


Рис. 1



Рис. 2

8.4.2 Определение диапазона измерений оптической плотности в спектральном диапазоне от 340 до 750 нм

8.4.2.1 Проверку диапазона измерений оптической плотности совмещают с определением абсолютной погрешности измерений оптической плотности.

8.4.2.2 Спектрофотометры считают прошедшими операцию поверки, если диапазон измерений оптической плотности составляет от 0,03 до 3,00 Б.

8.4.3 Определение абсолютной и относительной погрешности измерений оптической плотности в спектральном диапазоне от 340 до 750 нм

8.4.3.1 Подготовить комплект КСП-02 к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации на комплект.

8.4.3.2 Установить стрип со светофильтрами в планшет для измерений, входящего в состав комплекта (для длины волны 340 нм использовать светофильтры №№14, 15, 16, 20, для длин волн 450, 490, 540, 570, 600, 620, 650 нм светофильтры №№1-8, 16-19, для длин волн 690, 750 нм светофильтры №№1-8, 16).

8.4.3.3 Поместить планшет в отсек для измерений спектрофотометра.

8.4.3.4 Согласно руководству по эксплуатации спектрофотометра провести по 5 измерений оптической плотности светофильтров в установленном стрипе на длинах волн 340, 450, 490, 540, 570, 600, 620, 650, 690, 750 нм.

8.4.3.5 Рассчитают среднее арифметическое значение оптической плотности, \bar{D} , Б, для каждой измеренной длины волны по формуле

$$\bar{D}_{\lambda_j} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_{\lambda_{ji}}}{5}, \quad (3)$$

где D - значение оптической плотности, Б;

λ - длина волны, нм;

j - номер светофильтра;

i - номер измерения.

8.4.3.6 Рассчитать абсолютную погрешность измерений оптической плотности, ΔD_{λ_j} , Б, для каждого светофильтра по формуле

$$\Delta D_{\lambda_j} = \bar{D}_{\lambda_j} - D_{\lambda_{j\text{эм}}} \quad (4)$$

где $D_{\lambda_{j\text{эм}}}$ - значение оптической плотности светофильтра на длине волны из свидетельства о поверке комплекта светофильтров, Б.

8.4.3.7 Рассчитать относительную погрешность измерений оптической плотности, $\Delta D_{\text{оот}}$, %, для каждого светофильтра по формуле

$$\Delta D_{\text{оот}} = \frac{\Delta D_{\lambda_j} \cdot 100}{D_{\lambda_{j\text{эм}}}} \quad (5)$$

8.4.3.8 Спектрофотометр считают прошедшим операцию поверки, если значение абсолютной погрешности измерений оптической плотности в диапазоне измерений от 0,03 до 1,00 включ. Б не превышает $\pm 0,03$ Б, значение относительной погрешности измерений оптической плотности в диапазоне измерений св. 1,00 до 3,00 включ. Б, не превышает 3,00 %.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки спектрофотометра заносятся в протокол поверки, который хранится в организации, проводившей поверку (см. Приложение А к настоящей методике поверки – рекомендуемая форма протокола поверки).

9.2 Если спектрофотометр прошел поверку с положительным результатом, он признается годным и допускается к применению.

9.2.1 Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке; наносится знак поверки в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015

№ 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.2.2 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке спектрофотометра.

9.3 Если спектрофотометр прошел поверку с отрицательным результатом, он признается непригодным, не допускается к применению; на него выдаётся извещение о непригодности в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Начальник отдела Д-4

(должность)



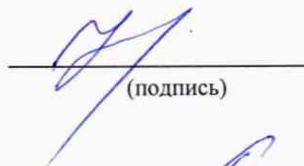
(подпись)

А.В. Иванов

(расшифровка подписи)

Начальник сектора отдела Д-4

(должность)



(подпись)

Н.Ю. Грязских

(расшифровка подписи)

Ведущий инженер отдела Д-4

(должность)



(подпись)

А.Н. Шобина

(расшифровка подписи)

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(Обязательное приложение)

к Методике поверки МП 023.Д4-19 «Спектрофотометры микропланшетные ЕРОСН, ЕРОСН2»

ПРОТОКОЛ**первичной / периодической поверки**

от «_____» _____ 201__ года

Средство измерений: Спектрофотометр микропланшетный ЕРОСН (или ЕРОСН2)

(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____

Заводской (серийный) номер

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 023.Д4-19 «Спектрофотометры микропланшетные ЕРОСН, ЕРОСН2. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» от 03 апреля 2019 г.

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

При следующих значениях влияющих факторов:

- температура воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

- атмосферное давление, кПа _____

Результаты поверки:

А.1 Внешний осмотр: _____

А.2 Опробование. _____

А.3 Проверка ПО: _____

А.4 Определение метрологических характеристик:

А.4.1 Определение систематической погрешности установки длины волны

Таблица А.1 – результаты

Длина волны, нм								
Значения абсолютной погрешности установки длины волны, нм								

Требования НД:

не более ± 2 нм.

А.4.2 Проверка диапазона измерений оптической плотности _____

А.4.3 Результаты определения абсолютной погрешности измерений оптической плотности.

Таблица А.2 – результаты

№ свето ф.	Длины волн, нм							
Значения абсолютной погрешности измерений оптической плотности, Б								

Требования НД:

$\pm 0,03$ Б в диапазоне измерений от 0,03 до 1,00 Б включ.;

$\pm 3,0$ % в диапазоне измерений св. 1,00 до 4,00 Б.

Рекомендации: Спектрофотометр микропланшетный _____ серийный (заводской)
№ _____ признать пригодным для применения.

Поверитель _____ (Ф.И.О)