

**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. Соби́на

2023 г.

**«ГСИ. Спектрофотометры МТ Measurement.
Методика поверки»**

МП 33-241-2023

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. лабораторией 241 Голынец О.С.
- 3 **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в апреле 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрофотометры MT Measurement Методика поверки	МП 33-241-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры MT Measurement (далее – спектрофотометры), выпускаемые АО «Меттлер-Толедо Восток».

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрофотометров к государственному первичному эталону единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм (ГЭТ 156-2015) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта № 2517 от 27.11.2018 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений спектральных, интегральных и редуцированных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм», а также к государственному первичному эталону единицы оптической плотности (ГЭТ 206-2016) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта № 2085 от 28.09.2018 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений оптической плотности».

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрофотометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений светофильтров из комплекта КНС 10.5, поверенного в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта № 2517 от 27 ноября 2018 г., а также при проведении измерений растворов из комплекта мер КМОП-Н, поверенного в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта № 2085 от 28 сентября 2018 г.

1.4 В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение										
	UV100- Star2	UV100- Star4	UV300/1, UV300/1FD+	UV300/2, UV300/2FD+	UV300/X, UV300/XFD+	UV400- Star1	UV400- Star2	Mini-E1	Mini-E2	Mini-E3	Mini- E+
Спектральный диапазон измерений, нм	от 190 до 1100	от 190 до 1100	от 190 до 1100	от 190 до 1100	от 190 до 1100	от 190 до 1100	от 190 до 1100	от 220 до 750	от 190 до 900	от 190 до 1100	от 190 до 900
Диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, %	от 0 до 100	от 0 до 100	от 0 до 100	от 0 до 100	от 0 до 100	от 0 до 100	от 0 до 100	–	–	–	–
Диапазон измерений оптической плотности, Б	–	–	–	–	–	–	–	от 0,5 до 1,5	от 0,5 до 3	от 0,5 до 3	от 0,5 до 3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания, %: - в спектральном диапазоне от 190 нм до 350 нм включ. - в спектральном диапазоне св. 350 нм до 600 нм включ. - в спектральном диапазоне св. 600 нм. до 1100 нм включ.	± 2	± 2	± 1,5	± 1,5	± 1,5	± 1,5	± 1,5	–	–	–	–
	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	–	–	–	–
	± 2	± 2	± 1,5	± 1,5	± 1,5	± 1,5	± 1,5	–	–	–	–
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений оптической плотности при длине пути 10 мм, Б	–	–	–	–	–	–	–	± 0,5	± 0,5	± 0,5	± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки длин волн, нм	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	± 1	–	–	–	–

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы следующие ссылки:

Приказ Минтруда России № 903н от 15.12.2020 г. «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта № 2085 от 28.09.2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений оптической плотности»

Приказ Росстандарта № 2517 от 27.11.2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений спектральных, интегральных и редуцированных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм»

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 спектрофотометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений:			
- абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания;	11.1	да	да
- абсолютной погрешности измерений оптической плотности при длине пути 10 мм	11.2	да	да
- абсолютной погрешности установки длин волн	11.3	да	да
- диапазона измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, оптической плотности и спектрального диапазона	11.4	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы одной из операций поверка прекращается, спектрофотометр бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме (на меньшем числе поддиапазонов измерений) на основании письменного заявления владельца спектрофотометра.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

4.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать вибрация и сильные потоки воздуха, мешающие нормальной работе спектрофотометров.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрофотометров допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе со спектрофотометром.

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 требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °C, относительной влажности ± 5,0 %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Комплект светофильтров с характеристиками: погрешность определения коэффициентов пропускания при R=0,95 не более 0,25 % в спектральном диапазоне от 400 до 850 нм и 0,5 % в спектральном диапазоне от 250 до 400 нм, погрешность определения положения максимумов полос поглощения не более 0,5 нм	Комплект светофильтров КНС 10.5 рег. № 43463-09

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Комплект мер оптической плотности с характеристиками: погрешность определения оптической плотности при $P=0,95$ не более $\pm 0,006$ Б в диапазоне значений оптической плотности от 0,010 до 0,400 Б, не более $\pm 0,030$ Б в диапазоне значений оптической плотности от 0,410 до 2,000 Б и не более $\pm 0,040$ Б в диапазоне значений оптической плотности от 2,100 до 4,200 Б.	Комплект мер оптической плотности КМОП-Н, рег. № 52362-13

6.2. Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений – поверены.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрофотометра с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0.

7.2 Поверитель перед проведением поверки должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрофотометр и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре должны быть установлены:

- соответствие комплектности спектрофотометра, указанной в руководстве по эксплуатации (за исключением запасных и других частей, не влияющих на метрологические характеристики);
- соответствие внешнего вида спектрофотометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений и дефектов, ухудшающих внешний вид спектрофотометра и препятствующих его применению;
- наличие и исправность заземления, знаков безопасности и необходимой маркировки.

8.2 При установлении дефектности, препятствующей нормальному использованию спектрофотометра, его бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Перед проведением поверки спектрофотометр следует выдержать в помещении не менее 2 часов, затем во включенном в сеть состоянии – не менее 60 минут.

9.2 Опробование

9.2.1 При опробовании проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрофотометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 При проведении поверки выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Для однозначной идентификации программного обеспечения (далее – ПО) достаточно определения только номера версии (идентификационного номера).

10.2 Номер версии ПО может быть выведен в окне программного обеспечения спектрофотометра или на дисплей спектрофотометра при обращении к соответствующему подпункту меню в программном обеспечении «Instrument Information».

10.3 Номера версий ПО должны быть не ниже приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модификаций	
	UV100-Star2, UV100-Star4, UV300/1, UV300/1FD+, UV300/2, UV300/2FD+, UV300/X, UV300/XFD+, UV400-Star1, UV400-Star2	Mini-E1, Mini-E2, Mini-E3, Mini-E+
Идентификационное наименование ПО	–	MT-Mini
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже V1.00 ¹⁾	–
Цифровой идентификатор ПО	–	–
¹⁾ значения номера версии после точки варьируются от 0 до 999		

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания

11.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания для модификаций UV100-Star2, UV100-Star4, UV300/1, UV300/1FD+, UV300/2, UV300/2FD+, UV300/X, UV300/XFD+, UV400-Star1 и UV400-Star2 провести с использованием комплекта светофильтров, указанного в таблице 3.

11.1.2 Использовать не менее трех светофильтров из комплекта светофильтров, в которых значения спектральных коэффициентов направленного пропускания соответствуют началу, середине и концу диапазона измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания.

11.1.3 Установить калибровочную рамку «100%», входящую в комплект светофильтров в кюветное отделение или кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью ПО или на сенсорной панели спектрофотометра с помощью встроенного ПО выбрать измерения спектральных коэффициентов направленного пропускания при длине волны 250 нм (минимальная доступная спектральная ширина щели), установить нулевое значение спектрального коэффициента направленного пропускания.

11.1.4 Установить один из светофильтров в кюветное отделение или в кюветодержатель и провести измерение спектрального коэффициента направленного пропускания на длине волны 250 нм (минимальная доступная спектральная ширина щели). Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

11.1.5 Провести операции, аналогичные 11.1.3-11.1.4, для двух других светофильтров при длинах волн 550 и 850 нм.

11.2 Определение абсолютной погрешности измерений оптической плотности при длине пути 10 мм

11.2.1 Определение абсолютной погрешности измерений оптической плотности для модификаций Mini-E1, Mini-E2, Mini-E3, Mini-E+ провести с использованием комплекта мер оптической плотности, указанного в таблице 3. Измерения проводятся на максимальной возможной длине пути для отделения для анализа образцов в микрообъемах.

11.2.2 Ввести в отделение для анализа образцов в микрообъемах спектрофотометра 2 мкл раствора сравнения (вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018). На персональном компьютере с помощью ПО или с помощью терминала в разделе методы выбрать измерения при определенной длине волны, равной 340 нм и установить нулевое значение оптической плотности для раствора сравнения.

11.2.3 После установления значения оптической плотности раствора сравнения провести очистку отделения для анализа образцов в микрообъемах в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.2.4 Ввести в отделение для анализа образцов в микрообъемах спектрофотометра 2 мкл одной из мер комплекта КМОП-Н. Выполнить не менее пяти измерений значений оптической плотности при длине волны 340 нм, каждый раз проводя очистку отделения для анализа образцов в микрообъемах и вновь вводя меру из комплекта КМОП-Н.

11.2.5 Провести операции, аналогичные 11.2.2-11.2.4, для двух других мер из комплекта КМОП-Н при длинах волн 546 нм и 750 нм соответственно.

11.3 Определение абсолютной погрешности установки длин волн

11.3.1 Определение абсолютной погрешности установки длины волны для модификаций UV100-Star2, UV100-Star4, UV300/1, UV300/1FD+, UV300/2, UV300/2FD+, UV300/X, UV300/XFD+, UV400-Star1 и UV400-Star2 провести с использованием комплекта светофильтров, указанного в таблице 3. Использовать светофильтр из комплекта, аттестованный по значениям длин волн максимумов полос поглощения (для комплекта светофильтров КНС-10.5 используется светофильтр ПС7) и калибровочную рамку «100%».

11.3.2 Установить калибровочную рамку «100%», входящую в комплект светофильтров, в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью ПО или на сенсорной панели спектрофотометра с помощью встроенного ПО выбрать сканирование в диапазоне длин волн в интервале от $(\lambda_{AJ}+10 \text{ нм})$ до $(\lambda_{AJ}-10 \text{ нм})$, где λ_{AJ} – действительные значения длин волн в максимуме полосы поглощения, указанные в протоколе поверки на светофильтр, предназначенный для определения погрешности шкалы длин волн, и установить нулевое значение оптической плотности для калибровочной рамки «100%» (минимальная доступная ширина щели, скорость сканирования «средняя» с минимальным доступным шагом сканирования).

11.3.3 Установить светофильтр, предназначенный для определения погрешности шкалы длин волн, в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью ПО или на сенсорной панели спектрофотометра с помощью встроенного ПО выбрать сканирование длин волн и провести измерения длины волны максимума полосы поглощения при максимуме оптической плотности в интервале длин волн, указанном в п.11.3.2 (минимальная доступная спектральная ширина щели, скорость сканирования «средняя» с минимальным доступным шагом сканирования).

11.3.4 Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

11.3.5 Провести операции аналогичные 11.3.2 – 11.3.4, для максимумов полос поглощения, соответствующих началу, середине и концу спектрального диапазона измерений.

11.4 Определение диапазона измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, оптической плотности и спектрального диапазона измерений

11.4.1 Определение диапазона измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, оптической плотности и спектрального диапазона измерений провести одновременно с проверкой абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания по п.11.1, абсолютной погрешности измерений оптической плотности по п.11.2 (проводят измерения спектрального коэффициента направленного пропускания и оптической плотности в начале, середине и в конце диапазона измерений) и абсолютной погрешности установки длин волн по п.11.3.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Абсолютную погрешность (Δ_{Tij}) для значений спектральных коэффициентов направленного пропускания рассчитать на основании результатов, полученных по 11.1 для длин волн 250, 550 и 850 нм, по формуле

$$\Delta_{Tij} = T_{ij} - A_j, \quad (1)$$

где T_{ij} – i -е измеренное значение коэффициента пропускания j -го светофильтра, %

A_j – значение коэффициента пропускания j -го светофильтра, указанное в протоколе поверки на комплект светофильтров, %.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов пропускания для каждого светофильтра не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.2 Абсолютную погрешность (Δ_{Dij}) для значений оптической плотности рассчитать на основании результатов, полученных по 11.2 для длин волн 340, 546 и 750 нм, по формуле

$$\Delta_{Dij} = k \cdot D_{ij} - D_{Aj}, \quad (2)$$

где D_{ij} – i -е измеренное значение оптической плотности j -ой меры, %

D_{Aj} – значение оптической плотности j -ой меры, указанное в протоколе поверки комплекта мер оптической плотности, %

k – коэффициент пересчета максимально возможной длины пути на длину пути 10 мм, равный отношению длины пути, установленной на спектрофотометре, к длине пути 10 мм.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений оптической плотности для каждой меры не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.3 Абсолютную погрешность ($\Delta_{\lambda ij}$) для значений длины волны максимума полос поглощения (для каждого i -го максимума полос поглощения) рассчитать по результатам измерений, полученным по 11.3 по формуле

$$\Delta_{\lambda ij} = \lambda_{ij} - \lambda_{\lambda j}, \quad (3)$$

где λ_{ij} – измеренное значение длины волны светофильтра j -го максимума полос поглощения, нм.

$\lambda_{\lambda j}$ – значение длины волны светофильтра j -го максимума полос поглощения, указанное в протоколе поверки на светофильтр, предназначенный для определения погрешности шкалы длин волн нм.

Абсолютная погрешность измерений длины волны в спектральном диапазоне от 190 до 1100 нм не должна превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.4 Полученные значения диапазонов измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, оптической плотности и спектрального диапазона измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрофотометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрофотометр и пломбирование спектрофотометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрофотометр признают непригодным 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 владельца спектрофотометра или лица, представившего спектрофотометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению спектрофотометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец