

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



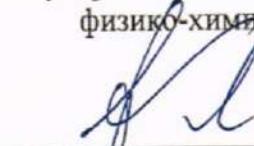

А.Н. Пронин
02 июля 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофлуориметры Панорама-М

Методика поверки
МП-242-2584-2024

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений



А.В. Колобова

Старший научный сотрудник



М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2024

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофлуориметры Панорама-М (далее по тексту - спектрофлуориметры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого спектрофлуориметра к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на спектрофлуориметре методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2023 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов;

ГЭТ 208-2024 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой стандартным образом.

П р и м е ч а н и я

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям - спектрального диапазона; - предела детектирования контрольного вещества (фенола) в воде;	Да	Да	10.2
- относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала;	Да	Да	10.3
- погрешности установки длины волны;	Да	Да	10.4
- подтверждение соответствия спектрофлуориметра метрологическим требованиям	Да	Да	10.5
	Да	Да	10.6

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +17 °C до +28 °C;
- относительная влажность воздуха не более 75 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации спектрофлуориметров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки по таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 3 Требования к условиям проведения поверки	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 °C до +50 °C с абсолютной погрешностью не более ± 0,5 °C</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 85 % с основной абсолютной погрешностью не более ± 3,0 %</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 0,3 кПа</p>	Термогигрометр автономный ИВА-БН-Д, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 82393-21
Раздел 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрофлуориметра метрологическим требованиям	Комплект светофильтров: длины волн максимумов полос поглощения (431 ± 5), (529 ± 5) и (685 ± 5) нм; пределы допускаемой абсолютной погрешности определения длин волн максимумов поглощения ± 0,5 нм в комплекте с устройством для поворота светового пучка	Комплект светофильтров КОФ-02, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 45802-10 (светофильтры ПС-7-В и ПС-7-Р, устройство для поворота светового пучка)
Приложение А. Приготовление контрольных растворов	<p>Стандартный образец состава раствора фенола утвержденного типа (массовая концентрация 1 мг/см³, погрешность не более ± 1 %)</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770-74</p> <p>Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 2, 5 см³ любого исполнения по ГОСТ 29169 - 91 или пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 2 и 5 см³ любого типа и исполнения по ГОСТ 29227-91</p> <p>Вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018</p>	Стандартный образец состава раствора фенола ГСО 7270-96

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

5.3 Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь актуальную запись о поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, а стандартные образцы иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки спектрофлуориметров следует соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 № 903н, а также требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации спектрофлуориметров.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие спектрофлуориметров следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Спектрофлуориметры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка к поверке и контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации спектрофлуориметра (далее – РЭ), Руководство пользователя программного обеспечения (далее - ПО) и настоящую методику, а также обеспечить выполнение требований техники безопасности согласно разделу 6 и выполнение условий проведения поверки согласно разделу 3 методики поверки.

8.1.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 5.

8.1.3 Приготавливают контрольные растворы фенола согласно Приложению А.

8.1.4 Подключают спектрофлуориметр к сети, включают электропитание и прогревают спектрофлуориметр в течение 30 мин, запускают программное обеспечение.

П р и м е ч а н и е - Допускается проведение проверки соответствия программного обеспечения (см. раздел 9), не дожидаясь окончания времени прогрева спектрофлуориметра.

8.2 Опробование

8.2.1 Автотестирование спектрофлуориметра проводится в автоматическом режиме после включения питания и запуска ПО.

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если в процессе опробования не возникло сообщений об ошибках.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Запускают ПО стандартными средствами операционной системы, в главном меню выбирают элемент Информация/О программе. При этом появится окно с информацией об идентификационном наименовании ПО и номере версии.

9.2 Результат проверки считают положительным, если идентификационные данные ПО соответствуют сведениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ПанорамаПро
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.x.x.
Цифровой идентификатор ПО	–

Примечание - Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового обозначения в начале номера версии и последующим рядом цифр (обозначенных буквами «х»), принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Общие положения

10.1.1 Определение метрологических характеристик проводят с использованием встроенной в ПО функции Проверка. Для этого запускают ПО, выбирают пункт главного меню Прибор/Проверка и следуют указаниям ПО.

10.1.2 При необходимости определение метрологических характеристик можно провести вручную по 10.2 – 10.5.

10.2 Определение спектрального диапазона

10.2.1 В кюветное отделение спектрофлуориметра помещают кювету с дистиллированной водой. Запускают синхронное сканирование монохроматоров возбуждения и регистрации в диапазоне от 190 до 900 нм с нулевым сдвигом по длинам волн.

10.2.2 Спектральный диапазон монохроматоров возбуждения и регистрации принимают от 190 до 900 нм, если при регистрации спектра по 10.2.1 не появилось сообщение об ошибке.

10.3 Определение предела детектирования контрольного вещества (фенола) в воде

10.3.1 При помощи программного обеспечения к спектрофлуориметру в соответствии с Руководством по эксплуатации (п. 3.2.3) проводят градуировку спектрофлуориметра с использованием раствора фенола с массовой концентрацией 1 мг/дм³, приготовленного согласно приложению А. В качестве фонового раствора используют дистиллированную воду, применявшуюся для приготовления растворов фенола.

10.3.2 После завершения градуировки в кюветное отделение спектрофлуориметра помещают кювету с дистиллированной водой (фоновый раствор) и измеряют массовую концентрацию фенола в фоновом растворе, делая при этом 10 последовательных отсчетов.

10.3.3 Для фонового раствора вычисляют среднее арифметическое значение зарегистрированных результатов измерений (\bar{X}_ϕ , мг/дм³):

$$\bar{X}_\Phi = \frac{\sum_{i=1}^N X_{\Phi,i}}{n}; \quad (1)$$

и среднее квадратическое отклонение (S_Φ , мг/дм³):

$$S_\Phi = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{\Phi,i} - \bar{X}_\Phi)^2}{n-1}}; \quad (2)$$

где $X_{\Phi,i}$ - результат i -го измерения, мг/дм³;

n - число измерений ($n = 10$).

10.3.4 Рассчитывают предел детектирования (C_{min} , мг/дм³) по формуле:

$$C_{min} = 3 \cdot S_\Phi, \quad (3)$$

При S_Φ менее 0,0003 мг/дм³ принимают, что $C_{min} = 0,001$ мг/дм³.

10.4 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала

10.4.1 В кюветное отделение спектрофлуориметра помещают кювету с раствором фенола с массовой концентрацией 1 мг/дм³ и измеряют массовую концентрацию фенола в растворе, делая при этом 10 последовательных отсчетов.

10.4.2 При помощи программного обеспечения к спектрофлуориметру вычисляют относительное среднеквадратическое отклонение измеренных значений массовой концентрации фенола в воде, которое принимают за среднеквадратическое отклонение выходного сигнала $S_{отн}$:

$$S_{отн} = \frac{100}{\bar{C}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}, \quad (4)$$

где C_i - измеренное i -ое значение массовой концентрации фенола в растворе ($i = 1, \dots, n$), мг/дм³;

\bar{C} - среднее арифметическое значение массовой концентрации фенола в растворе, мг/дм³;

n - число измерений ($n = 10$).

10.5 Определение погрешности установки длины волны

10.5.1 Кюветное отделение спектрофлуориметра оставляют пустым и при помощи программного обеспечения регистрируют фоновый спектр.

10.5.2 В кюветное отделение спектрофлуориметра помещают светофильтр ПС-7-В из комплекта КОФ-02, при помощи программного обеспечения регистрируют его спектр и определяют положения максимумов поглощения в областях 415 – 445, 515 – 545 и 670 – 700 нм.

10.5.3 Рассчитывают отклонения ($\Delta\lambda_{\text{в},i}$, нм) полученных значений от действительных значений, указанных в протоколе поверки комплекта КОФ-02:

$$\Delta\lambda_{\text{в},i} = \lambda_{\text{в},i} - \lambda_{0\text{в},i} \quad (5)$$

где $\lambda_{\text{в},i}$ - зарегистрированные по 10.5.2 значения максимумов поглощения светофильтра ПС-7-В в соответствующих диапазонах, нм;
 $\lambda_{0\text{в},i}$ - действительные значения максимумов поглощения светофильтра ПС-7-В в соответствующих диапазонах, нм;
i - номер диапазона (*i* = 1, ..., 3).

10.5.4 За погрешность установки длины волны монохроматора возбуждения принимают наибольшее по абсолютной величине отклонение, вычисленное по 10.5.3.

10.5.5 При помощи программного обеспечения устанавливают монохроматор возбуждения в нулевой порядок дифракционной решетки.

10.5.6 В кюветное отделение спектрофлуориметра помещают устройство для поворота светового пучка на 90° из комплекта КОФ-02, при помощи программного обеспечения регистрируют фоновый спектр.

10.5.7 В гнездо светофильтра канала регистрации помещают светофильтр ПС-7-Р из комплекта КОФ-02 и при помощи программного обеспечения регистрируют его спектр и определяют положения максимумов поглощения в областях 415 – 445, 515 – 545 и 670 – 700 нм.

10.5.8 Рассчитывают отклонения ($\Delta\lambda_{\text{р},i}$, нм) полученных значений от действительных значений, указанных в протоколе поверки комплекта КОФ-02:

$$\Delta\lambda_{\text{р},i} = \lambda_{\text{р},i} - \lambda_{0\text{р},i} \quad (6)$$

где $\lambda_{\text{р},i}$ - зарегистрированные по 10.5.7 значения максимумов поглощения светофильтра ПС-7-Р в соответствующих диапазонах, нм;
 $\lambda_{0\text{р},i}$ - действительные значения максимумов поглощения светофильтра ПС-7-Р в соответствующих диапазонах, нм;
i - номер диапазона (*i* = 1, ..., 3).

10.5.9 За погрешность установки длины волны монохроматора регистрации принимают наибольшее по абсолютной величине отклонение, вычисленное по 10.5.8.

10.6 Подтверждение соответствия спектрофлуориметра метрологическим требованиям

10.6.1 Спектрофлуориметр соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, если спектральный диапазон, предел детектирования контрольного вещества, относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала и погрешность установки длины волны соответствуют значениям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Нормированные значения метрологических характеристик

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, нм - монохроматора возбуждения - монохроматора регистрации	от 190 до 900 от 190 до 900
Предел детектирования контрольного вещества (фенола в воде), мг/дм ³ , не более	0,005
Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала, %, не более	3,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки длины волны, нм	± 2

11 Оформление результатов поверки

11.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении Б.

11.2 Спектрофлуориметр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным к применению. Спектрофлуориметр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, не допускается к применению.

11.3 Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

11.4 При положительных результатах поверки по заявлению владельца или лица, представившего спектрофлуориметр на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие спектрофлуориметра требованиям методики поверки. Нанесение знака поверки на спектрофлуориметр не предусмотрено.

11.5 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца или лица, представившего спектрофлуориметр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
Приготовление контрольных растворов

A.1 Дистиллированную воду для приготовления растворов фенола перед использованием кипятят, охлаждают и хранят в стеклянной склянке с притертой пробкой во избежание насыщения кислородом воздуха. Срок хранения - 1 сутки. Запрещается использовать воду, находившуюся в контакте с резиновыми шлангами.

A.2 Приготовление промежуточного раствора фенола номинального значения массовой концентрации 50 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 5 см³ стандартного образца утвержденного типа состава раствора фенола массовой концентрации 1 мг/см³, доводят до метки дистиллированной водой по А.1 и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации фенола в приготовленном растворе (C_1 , мг/дм³) вычисляют по формуле

$$C_1 = 1000 \cdot C_0 \cdot \frac{V_1}{V_{k,1}}, \quad (A.1)$$

где C_0 - аттестованное значение стандартного образца состава раствора фенола, мг/см³;

V_1 - объем стандартного образца состава раствора фенола, использованный для приготовления данного раствора, см³ (5 см³);

$V_{k,1}$ - объем приготовленного раствора, см³ (100 см³);

1000 - коэффициент согласования размерности единиц объема.

A.3 Приготовление контрольного раствора фенола номинального значения массовой концентрации 1 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 2 см³ промежуточного раствора фенола по А.2, доводят до метки дистиллированной водой по А.1 и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации фенола в приготовленном растворе (C_2 , мг/дм³) вычисляют по формуле

$$C_2 = C_1 \cdot \frac{V_2}{V_{k,2}}, \quad (A.2)$$

где C_1 - действительное значение массовой концентрации фенола в промежуточном растворе, вычисленное по формуле (A.1), мг/дм³;

V_2 - объем промежуточного раствора фенола, использованный для приготовления данного раствора, см³ (2 см³);

$V_{k,2}$ - объем приготовленного раствора, см³ (100 см³).

A.4 Относительная погрешность массовой концентрации фенола в контрольном растворе не превышает ±2,0 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____ от _____

Наименование СИ: спектрофлуориметр Панорама-М

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ _____, зав.№ _____, принадлежащий _____

Обозначение методики поверки _____

Условия проведения поверки

Температура окружающей среды, °C	
Относительная влажность, %	
Атмосферное давление, кПа	

Средства поверки

Раствор фенола в воде, массовая концентрация 1 мг/дм³, приготовленный из стандартного образца состава раствора фенола _____

Комплект светофильтров КОФ-02 _____

Результаты поверки

1. Внешний осмотр _____

2. Наименование и версия программного обеспечения _____.

3. Опробование _____

4. Определение метрологических характеристик спектрофлуориметра

4.1 Спектральный диапазон

Показатель	Спектральный диапазон, нм	
	Нижняя граница	Верхняя граница
Монохроматор возбуждения		
Монохроматор регистрации		

4.2 Предел детектирования фенола в воде _____ мг/дм³

4.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала

C, мг/дм ³	Результаты измерений, мг/дм ³					S _{отн} , %
1,00						

4.4 Определение погрешности установки длины волны

Монохроматор возбуждения			Монохроматор регистрации		
$\lambda_{0,B,i}$, нм	$\lambda_{B,i}$, нм	$\Delta\lambda_{B,i}$, нм	$\lambda_{0,P,i}$, нм	$\lambda_{P,i}$, нм	$\Delta\lambda_{P,i}$, нм

П р и м е ч а н и е - Обозначения см. п. 10.5.3 МП-242-2584-2024

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверку провел: _____