

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ» -

С.В. Медведевских
" 14 " 04 _____ 2016 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрофотометры UV/VIS Excellence

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 105-241-2015

и.р. 64436-16

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в апреле 2016 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	5
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование.....	6
	8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрофотометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РП.	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	13
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	16

Дата введения в действие: апрель 2016 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры UV/VIS Excellence (далее – спектрофотометры) производства фирмы «Mettler-Toledo AG», Швейцария и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания	8.3.1	да	да

продолжение таблицы 1

1	2	3	4
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений оптической плотности	8.3.2	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности установки длин волн	8.3.3	да	да
3.4 Проверка СКО случайной составляющей погрешности измерений установки длин волн	8.3.4	да	да
3.5 Определение диапазонов измерений спектрального коэффициента направленного пропускания и оптической плотности	8.3.5	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- комплект светофильтров КНС 10.5 (погрешность определения коэффициентов пропускания при доверительной вероятности $P=0,95$ 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; диапазон спектральной оптической плотности от 0,0291 до 2,640 Б, погрешность измерений спектральной оптической плотности $\pm 0,43 \cdot \frac{\Delta T}{T}$), аттестованный в установленном порядке в качестве эталона;

- комплект мер оптической плотности КМОП-Н (спектральный диапазон от 340 до 800 нм, погрешность измерений спектральной оптической плотности от $\pm 0,007$ до $\pm 0,07$ Б (далее – комплект мер КМОП-Н), погрешность измерений коэффициентов пропускания $\pm \frac{\Delta D \cdot T}{0,43}$), аттестованный в установленном порядке в качестве эталона.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003-91.

Поверитель перед проведением поверки спектрофотометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрофотометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 20 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), %, не более 80

6.2 Спектрофотометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

Спектрофотометр подготовить к работе в соответствии с руководством пользователя (далее - РП).

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрофотометра;
- соответствие комплектности указанной в РП;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрофотометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РП.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрофотометра. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении спектрофотометра или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для ПО блока обработки информации	Значение для ПО
Идентификационное наименование ПО	ПО	ПО
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0.0	-
Цифровой идентификатор ПО	-	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания

Погрешность измерения спектральных коэффициентов пропускания для моделей UV5, UV5Bio, UV7 и UV5Nano проверить с использованием светофильтров КНС-10.5.

Установить пустую рамку, входящую в комплект светофильтров в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала в разделе методы выбрать измерения при определенной длине волны, равной 250 нм (настройка метода в соответствии с приложением Б, п.1), установить время сканирования 2 секунды и провести измерения фонового значения. Установить один из светофильтров в кюветное отделение или в кюветодержатель и провести измерения спектрального коэффициента направленного пропускания. Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

Погрешность измерения спектральных коэффициентов пропускания для моделей UV5Nano (микроплатформа) проверить с использованием комплекта мер КМОП-Н.

Ввести в кюветное отделение спектрофотометра 2 мкл фонового раствора (вода дистиллированная по ГОСТ 6709). На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала в разделе методы выбрать измерения при определенной длине волны, равной 340 нм (настройка метода в соответствии с приложением Б, п.1), установить время сканирования 2 секунды и провести измерения фонового значения. Ввести в кюветное отделение спектрофотометра 2 мкл одного из растворов из комплекта мер КМОП-Н. Выполнить не менее пяти измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, каждый раз вновь вводя раствор из комплекта мер КМОП-Н.

Рассчитать абсолютную погрешность (Δ_{T_i}) для значений спектральных коэффициентов направленного пропускания при 250 нм для моделей UV5, UV5Bio, UV7 и UV5Nano и 340 нм для моделей UV5Nano (микроплатформа) по формуле

$$\Delta_{T_i} = T_i - A_i, \quad (1)$$

где T_i - измеренное значение коэффициента пропускания i -го светофильтра, %

A_i – аттестованное значение коэффициента пропускания i -го светофильтра, %.

Провести аналогичные операции при длинах волн 540 нм и 850 нм для моделей UV5, UV5Bio, UV7 и UV5Nano и при 546 нм и 750 нм для UV5Nano (микроплатформа).

Погрешность измерений спектральных коэффициентов пропускания для каждого светофильтра в спектральном диапазоне от 190 до 1100 нм не должна превышать предела, приведенного в таблице 3. Полученные результаты занести в протокол поверки (Приложение А).

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений оптической плотности

Погрешность измерения оптической плотности для моделей UV5, UV5Bio, UV7 и UV5Nano определить с использованием светофильтров КНС-10.5.

Установить пустую рамку, входящую в комплект светофильтров в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала раздел методы выбрать измерения при определенной длине волны, равной 250 нм (настройка метода в соответствии с приложением Б, п.2), установить время сканирования 2 секунды и провести измерения фонового значения. Установить один из светофильтров в кюветное отделение или в кюветодержатель и провести измерения оптической плотности. Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

Погрешность измерения оптической плотности для моделей UV5Nano (микроплатформа) определить с использованием комплекта мер КМОП-Н.

Ввести в кюветное отделение спектрофотометра 2 мкл фонового раствора (вода дистиллированная по ГОСТ 6709). На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала разделе методы выбрать измерения при определенной длине волны, равной 340 нм (настройка метода в соответствии с приложением Б, п.1), установить время сканирования 2 секунды и провести измерения фонового значения. Ввести в кюветное отделение спектрофотометра 2 мкл одного из растворов из комплекта мер КМОП-Н. Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь вводя раствор из комплекта мер КМОП-Н.

Рассчитать абсолютную погрешность (Δ_{D_i}) для значений оптической плотности при 250 нм для моделей UV5, UV5Bio, UV7 и UV5Nano и при 340 нм для модели UV5Nano (микроплатформа) по формуле

$$\Delta_{D_i} = D_i - D_{Ai}, \quad (2)$$

где D_{Ai} – аттестованное значение оптической плотности i -го светофильтра, Б.

Провести аналогичные операции при длинах волн 540 нм и 850 нм для моделей UV5, UV5Bio, UV7 и UV5Nano и при 546 нм и 750 нм для UV5Nano (микроплатформа).

Погрешность измерений оптической плотности для каждого светофильтра и каждого раствора из комплекта мер оптической КМОП-Н в спектральном диапазоне от 190 до 1100 нм не должна превышать предела, приведенного в таблице 3. Полученные результаты занести в протокол поверки (Приложение А).

8.3.3 Проверка абсолютной погрешности установки длин волн

Проверку абсолютной погрешности установки длины волны провести с использованием светофильтра ПС7 из комплекта светофильтров КНС-10.5, аттестованного по значениям длин волн максимумов полос поглощения.

Установить пустую рамку, входящую в комплект светофильтров в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала в разделе методы выбрать измерения полного спектра в диапазоне длин волн, где наблюдается максимумы полос, которые указаны в свидетельстве о поверке на светофильтр ПС7 (настройка метода в соответствии с приложением Б, п.3).

Примечание: для получения оптимальных результатов не рекомендуется ставить диапазон длин волн более 50 нм, время сканирования 2 с.

Установить светофильтр ПС7 в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала провести измерения оптической плотности и находят длины волн, соответствующие максимумам полос поглощения. Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

Рассчитать абсолютную погрешность (Δ_{λ_i}) для значений длины волны максимума полосы поглощения (для каждого максимума на спектре) по формуле

$$\Delta_{\lambda_i} = \lambda_i - \lambda_{A_i}, \quad (3)$$

где λ_{A_i} - аттестованное значение длины волны светофильтра i -го светофильтра, нм.

Погрешность измерений длины волны в спектральном диапазоне от 190 до 1100 нм не должна превышать предела, приведенного в таблице 3. Полученные результаты занести в протокол поверки (Приложение А).

8.3.4 Проверка СКО случайной составляющей погрешности измерений установки длин волн

Проверку СКО случайной составляющей погрешности измерений установки длин волн провести с использованием светофильтра ПС7 из комплекта светофильтров КНС-10.5, аттестованного по значениям длин волн максимумов полос поглощения.

Установить пустую рамку, входящую в комплект светофильтров, в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала в раздел методы выбрать измерения полного спектра в диапазоне длин волн, где наблюдается максимумы полос, которые указаны по в свидетельстве о поверке на светофильтр ПС7.

Примечание: для получения оптимальных результатов не рекомендуется ставить диапазон длин волн более 50 нм, время сканирования 2 с.

Установить светофильтр ПС7 в кюветное отделение или в кюветодержатель. На персональном компьютере с помощью программного обеспечения ПО или терминала провести измерения оптической плотности и находят длины волн, соответствующие максимумам полос поглощения. Выполнить не менее пяти измерений, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

Примечание: допускается использовать результаты измерений, полученные по п. 8.3.3.

Рассчитать среднеарифметическое значение $\bar{\lambda}_i$ и СКО случайной составляющей погрешности S для значений длины волны максимума полосы поглощения (для каждого максимума на спектре) по формулам:

$$\bar{\lambda}_i = \frac{\sum \lambda_i}{n}, \quad (4)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\lambda_i - \bar{\lambda}_i)^2}{(n-1)}}, \quad (5)$$

СКО случайной составляющей погрешности измерений установки длин волн в спектральном диапазоне от 190 до 1100 нм не должно превышать предела, приведенного в таблице 3. Полученные результаты заносят в протокол поверки (Приложение А).

8.3.5 Определение диапазонов измерений спектрального коэффициента направленного пропускания и оптической плотности

Определение диапазонов измерений спектрального коэффициента направленного пропускания и оптической плотности провести одновременно с определением погрешностей по 8.3.1 и 8.3.3 (проводят измерения спектрального коэффициента направленного пропускания и оптической плотности в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений спектрального коэффициента направленного пропускания и оптической плотности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели				
	UV7	UV5	UV5Bio	UV5Nano	UV5Nano микроплат- форма
Спектральный диапазон, нм	190-1100				
Диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания, %	от 0,1 до 99				
Диапазон измерений оптической плотности, Б	от 0,03 до 3,0				
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания, %	±1				±3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений оптической плотности, Б, в поддиапазонах от 0,03 Б до 1,00 Б включ. св. 1,00 Б до 3,00 Б включ.	±0,006 ±0,05				±0,02 ±0,20
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки длин волн, нм	±0,8	±1			
Предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности измерений установки длин волн ($n=10$), нм	0,15				

8.3.6 Если спектрофотометр используется не в полном диапазоне измерений, допускается поверку проводить в более узком диапазоне измерений спектрального коэффициента направленного пропускания и/или оптической плотности с указанием этого диапазона измерений в свидетельстве о поверке. В этом случае поверку погрешности измерений соответствующего параметра провести в трех точках используемого диапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого диапазона измерений соответствующего параметра).

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрофотометра в соответствии с рисунком 1 Описанием типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрофотометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают

извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

Таблица А.2 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений оптической плотности

Длина волны, нм	Измеренное значение оптической плотности, Б	Среднее значение оптической плотности, Б	Аттестованное значение оптической плотности, Б	Абсолютная погрешность измерения оптической плотности, Б	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица А.3 Результаты проверки абсолютной погрешности установки длин волн

Измеренное значение длины волны, нм	Среднее значение длины волны, нм	Аттестованное значение длины волны, нм	Абсолютная погрешность измерения длины волны, нм	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(справочное)

1. Рекомендации по настройке метода проверки абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания

1 Заголовок Тип метода Совместим с ID метода Заголовок Автор Дата создания Дата изменений Изменено Защита SOP	Фиксированная длина волны Все типы устройств A01 Propuskanie 250nm Administrator 01/25/2016 01/25/2016 Administrator Нет Нет
2 Конфигурация Многократное определение Режим многократного определения Автоматизация Длина пути Длительность измерения	Да Фикс. кол-во образцов Нет 1.0 cm 2 s
3 Холостая проба ID холостых значений Комм. к холостой пробе	
4 Измерение холостая проба Длина пути Длительность измерения	1.0 cm 2 s
5 Образец Число образцов ID образца Ввод молярной массы Ввод коэффициента экстинкции Ввод объема Коэффициент разбавления Поправочный коэффициент Коммент. к образцу	5 ID1 Нет Нет Нет 1.0 1.0
6 Измерение (образец) Длина пути Длительность измерения	1.0 cm 2 s
7 Выбор длины волны Единица измерения Количество длин волн Длина волны 1 Коррекция фона 1	%T 1 250 nm Нет
8 Расчет R1 Имя Единицы Формула	Transmittance %T Trans1

К-во десят. знаков	5
Пределы результата	Нет
Условие	Нет
9 Отобразить результаты	
Отображ. рез-ты	1
Поле 1	R1
Ось x мин.	190 nm
Ось x макс.	1100 nm

2. Рекомендации по настройке метода проверки абсолютной погрешности измерений оптической плотности

1 Заголовок	
Тип метода	Фиксированная длина волны
Совместим с	Все типы устройств
ID метода	A02
Заголовок	Opticheskaya plotnost 250nm
Автор	Administrator
Дата создания	01/25/2016
Дата изменений	01/25/2016
Изменено	Administrator
Защита	Нет
SOP	Нет
2 Конфигурация	
Множественное определение	Да
Режим множественного определения	Фикс. кол-во образцов
Автоматизация	Нет
Длина пути	1.0 cm
Длительность измерения	2 s
3 Холостая проба	
ID холостых значений	
Комм. к холостой пробе	
4 Измерение холостая проба	
Длина пути	1.0 cm
Длительность измерения	2 s
5 Образец	
Число образцов	5
ID образца	ID1
Ввод молярной массы	Нет
Ввод коэффициента экстинкции	Нет
Ввод объема	Нет
Коэффициент разбавления	1.0
Поправочный коэффициент	1.0
Коммент. к образцу	
6 Измерение (образец)	
Длина пути	1.0 cm
Длительность измерения	2 s
7 Выбор длины волны	
Единица измерения	А
Количество длин волн	1
Длина волны 1	250 nm

Коррекция фона 1	Нет
8 Расчет R1 Имя Единицы Формула К-во десят. знаков Пределы результата Условие	Absorbance A A1 5 Нет Нет
9 Отобразить результаты Отображ. рез-ты Поле 1 Ось x мин. Ось x макс.	1 R1 190 nm 1100 nm

3. Рекомендации по настройке метода проверки абсолютной погрешности установки длин волн

1 Заголовок Тип метода Совместим с ID метода Заголовок Автор Дата создания Дата изменений Изменено Защита SOP	Фиксированная длина волны Все типы устройств A03 Pogreshnost dlin voln Administrator 01/25/2016 01/25/2016 Administrator Нет Нет
2 Конфигурация Множественное определение Автоматизация Длина пути Длительность измерения	Нет Нет 1.0 cm 2 s
3 Холостая проба ID холостых значений Комм. к холостой пробе	
4 Измерение холостая проба Длина пути Длительность измерения	1.0 cm 2 s
5 Образец ID образца Коммент. к образцу	ID1 Нет
6 Измерение (образец) Длина пути Длительность измерения	1.0 cm 2 s
7 Анализ спектра Единица измерения Сглаживание Определение максимума/минимума Чувствительность определения Определение мин. длины волны	A Нет Максимумы Высокая 190 nm

Определение максимальной длины волны Сортировка	1100 nm Длина волны
8 Отобразить результаты Ось x мин. Ось x макс. Дополнительная кривая	190 nm 1100 nm Нет