

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по производству
ФГУП «ВНИИОФИ»



Р.А. Родин

«10» января 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры DS и XDS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 011.Д4-18

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«10» января 2018 г.

Москва
2018 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры DS и XDS (далее по тексту – спектрофотометры), предназначенные для измерения спектральной оптической плотности в отраженном и проходящем свете твердых, гранулированных, порошкообразных и жидких образцов в спектральном диапазоне от 400 до 2500 нм в соответствии с аттестованными методиками измерений и представлены в следующих модификациях: «DS2500 Analyzer», «XDS RapidLiquid Analyzer», «XDS MasterLab Analyzer», «XDS SmartProbe Analyzer», «XDS MultiVial Analyzer», «XDS RapidContent Analyzer», «XDS Interactance OptiProbe Analyzer», «XDS Transmission OptiProbe Analyzer», и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

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

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазонов измерений спектральной оптической плотности в отраженном и в проходящем свете и расчет абсолютной погрешности измерения спектральной оптической плотности	8.4.1	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

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	1 Комплект мер оптической плотности КМОП-Н (ГР СИ 52362-13) Диапазон оптической плотности мер от 0,01 до 4,00 Б Пределы допускаемой абсолютной погрешности оптической плотности мер № 1, 2 $\pm 0,007$ Б; мер 3, 4, 5 $\pm 0,07$ Б 2 Набор мер оптической плотности из состава Государственного первичного эталона единицы оптической плотности по ГОСТ 8.588-2006 Диапазон диффузной оптической плотности мер от 0,01 до 2,50 Б Пределы допускаемой абсолютной погрешности диффузной оптической плотности мер \pm (от 0,004 до 0,008) Б 3 Чистая ёмкость высотой не менее 5 см и диаметром не менее 2 см.

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 и 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 и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. 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 испытаний для легких физических работ.

5.2 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.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации спектрофотометров.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %, не более 93

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим, свободным от пыли, паров кислот и щелочей. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С. В помещении не должно быть интенсивных воздушных потоков.

6.3 В помещении не допускаются посторонние источники ионизирующего излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед началом работы со спектрофотометрами необходимо внимательно изучить руководство по эксплуатации.

7.2 Подключить сетевой кабель. Включить прибор установив On/Off переключатель, расположенный на задней стороне прибора, в положение I. При этом на передней панели прибора должен загореться световой LED.

7.3 Подключить прибор к компьютеру с установленным программным обеспечением (ПО) Vision. При этом спектрофотометр начнет выполнять самодиагностику. Подождать до окончания процесса распознавания прибора в управляющем ПО.

7.4 Оставить прибор включенным на один час для выхода на рабочий режим.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрофотометров должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрофотометров;
- соответствие комплектности спектрофотометров требованиям нормативно-технической документации;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрофотометров повреждений, влияющих на их работоспособность.

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

8.2 Опробование

8.2.1 На рабочем столе компьютера дважды щелкнуть по иконке ПО Vision . В появившемся диалоговом окне ввести индивидуальные логин и пароль (выдаются сервисным инженером или оператором, обладающим правами администратора). При этом автоматически запустится калибровка прибора (см. рисунок 1)

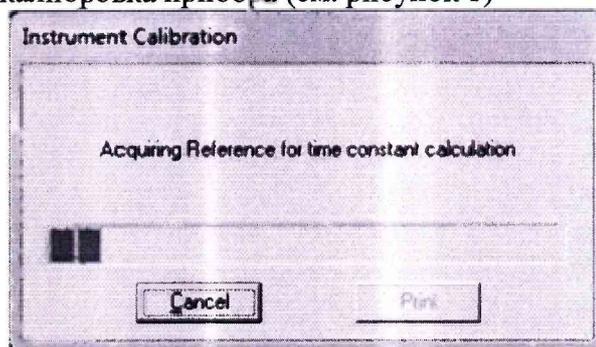


Рисунок 1

8.2.2 После успешной калибровки на экране компьютера появится главное окно ПО Vision (см. рисунок 2)

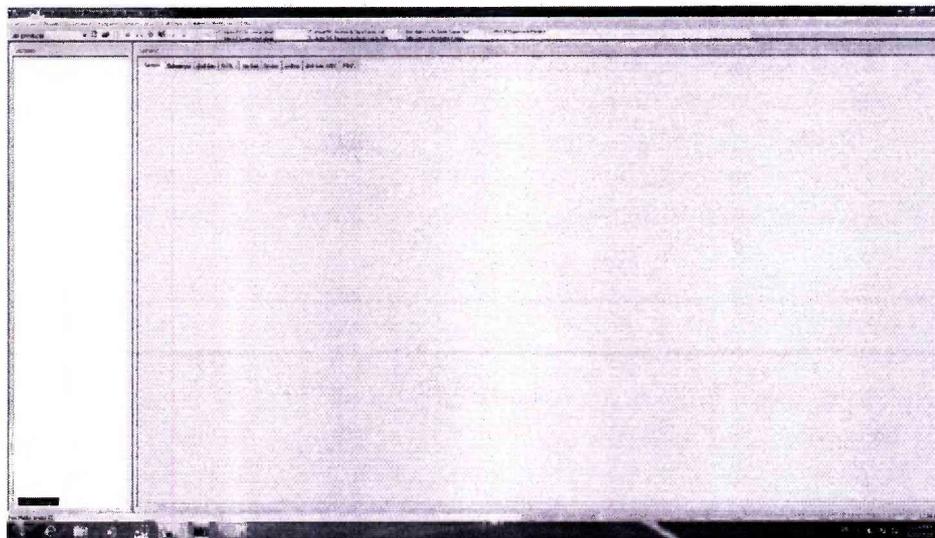


Рисунок 2

8.2.3 Проводят диагностику прибора запуская программу Performance Test (Instrument>XDS Setup/Diagnostics/ Run Perfomance Test). По завершению программы диагностики появится всплывающее окно с результатом (см. рисунок 3).

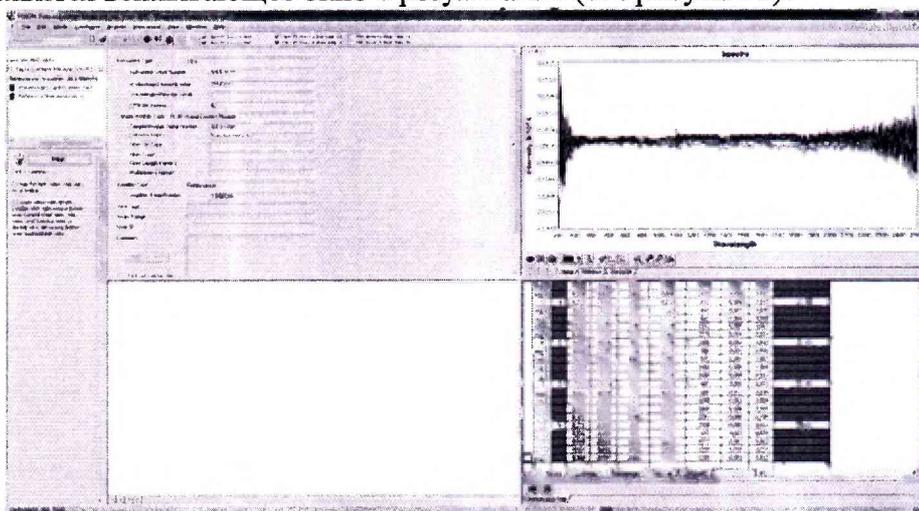


Рисунок 3

8.2.4 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если по завершении калибровки открывается главное окно программы и не выводится сообщений об ошибках.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрофотометры.

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения - спектрофотометров необходимо в главном окне программы Vision зайти во вкладку Help и затем нажать на раздел Info (в случае, если ПО установлено на компьютере). После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения.

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

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Vision
Номер версии (идентификационный номер) ПО	4.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазонов измерений спектральной оптической плотности в отраженном и в проходящем свете и расчет абсолютной погрешности измерения спектральной оптической плотности

8.4.1.1 Для модификаций спектрофотометров, работающих на отражение («XDS MasterLab Analyzer», «XDS SmartProbe Analyzer», «XDS Interactance OptiProbe Analyzer», «DS2500 Analyzer», «XDS MultiVial Analyzer», «XDS RapidContent Analyzer») установить поочередно на держатель образца спектрофотометра меры из Набора мер оптической плотности из состава Государственного первичного эталона единицы оптической плотности по ГОСТ 8.588-2006. В программном обеспечении во вкладке Edit Data Collection Method установить следующие параметры: Model – DS или XDS (в зависимости от исследуемой модели), Module – выбрать из списка наименование модуля согласно наименованию поверяемой модификации спектрофотометра; Range от 400 до 2500 нм, Detector – Reflectance; Scans - 32 (см. рисунок 4)

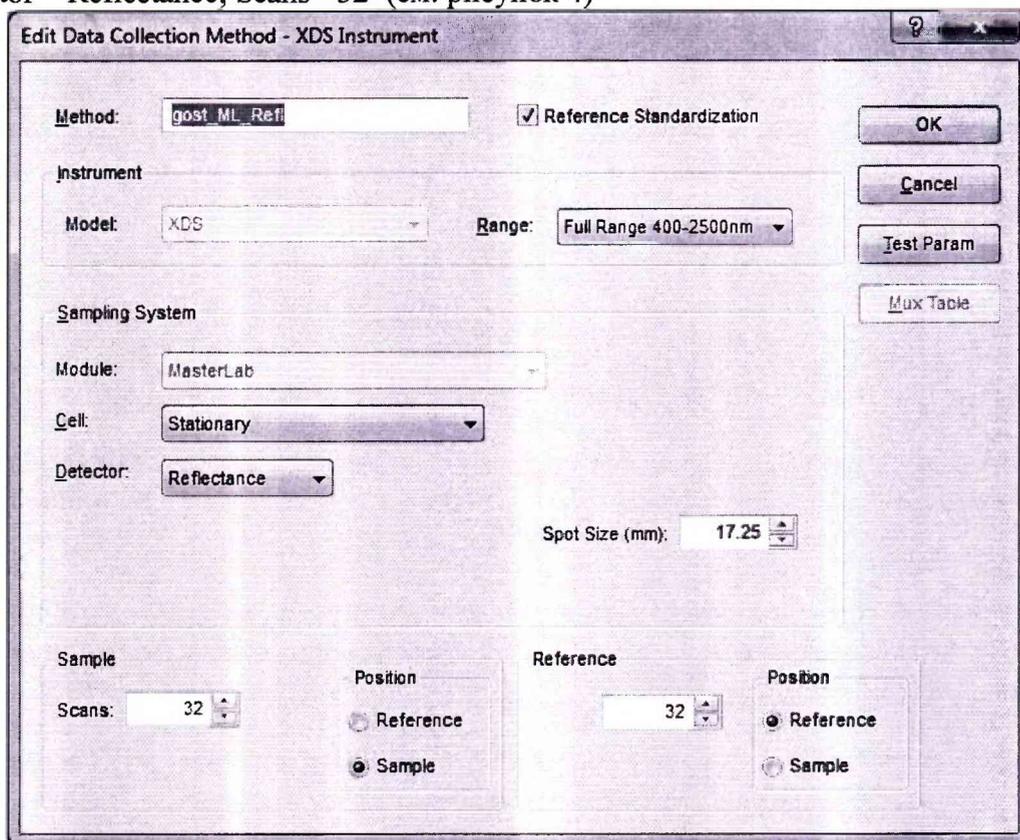


Рисунок 4

Провести пятикратное измерение спектральной оптической плотности в отраженном свете каждой меры. Для этого в закладке Acquire войдите в закладку Reference. Красный индикатор выполнения в нижней части экрана отображает состояние. После окончания сканирования щелкните по закладке «Reference» в верхней части экрана, чтобы просмотреть спектр отражения. За действительное значение спектральной оптической плотности принимается значение на длине волны с максимальным отражением.

Рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой меры по формуле 1:

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_i}{5}, \quad (1)$$

где D_i – результат измерения спектральной оптической плотности, Б

Убедиться, что длина оптического пути поверяемого спектрофотометра совпадает с длиной оптического пути оборудования, при помощи которого производится калибровка набора мер отражения (указана в паспорте или руководстве по эксплуатации на оборудование). В случае, когда длина оптического пути поверяемого спектрофотометра и оборудования, при помощи которого производится калибровка набора мер отражения не совпадают, необходимо ввести поправочный коэффициент (К), который рассчитывается по формуле 2:

$$K = \frac{D_{\text{эталона}}}{D_{cp}}, \quad (2)$$

где $D_{\text{эталона}}$ - оптическая плотность в отраженном свете из сертификата калибровки или свидетельства о поверке на меру, Б

Рассчитать абсолютную погрешность (Δ) измерений спектральной оптической плотности по формуле 3:

$$\Delta = D_{\text{эталона}} - D_{cp} \cdot K \quad (3)$$

8.4.1.2 Для модификаций спектрофотометров, работающих на пропускание («XDS RapidLiquid Analyzer», «XDS Transmission OptiProbe Analyzer», «XDS SmartProbe Analyzer», «XDS Interactance OptiProbe Analyzer») в программном обеспечении во вкладке Edit Data Collection Method установить следующие параметры: Model – XDS, Module – выбрать из списка наименование модуля согласно наименованию поверяемой модификации спектрофотометра; Range от 400 до 2500 нм, Detector – Transmission; Scans - 32 (см. рисунок 5)

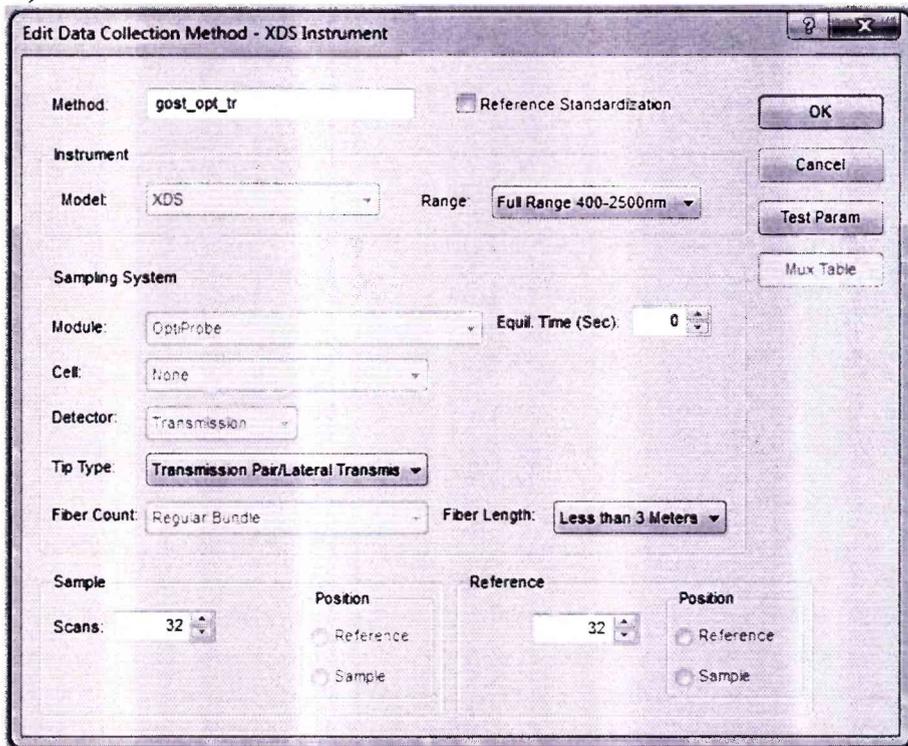


Рисунок 5

Перелить меры оптической плотности КМОП-Н из ампул в чистые ёмкости с диаметром и высотой больше, чем измерительная часть погружного зонда спектрофотометра. Опустить погружной зонд поочередно в ёмкости с мерами оптической

плотности КМОП-Н № 1, 2, 3. Провести пятикратное измерение оптической плотности в проходящем свете каждой меры. Для этого в закладке Acquire войдите в закладку Reference. Красный индикатор выполнения в нижней части экрана отображает состояние. После окончания сканирования щелкните по закладке «Reference» в верхней части экрана, чтобы просмотреть спектр пропускания. На полученном спектре определить оптическую плотность на длинах волн 340, 405, 546, 600, 750 нм. Рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой меры на каждой длине волны по формуле 1. Рассчитать абсолютную погрешность (Δ) измерений оптической плотности по формуле 4:

$$\Delta = D_{\text{эталона}} - D_{\text{ср}}, \quad (4)$$

где $D_{\text{эталона}}$ - оптическая плотность из свидетельства о поверке на комплект мер оптической плотности КМОП-Н, Б

$D_{\text{ср}}$ - среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой меры КМОП-Н на каждой длине волны, Б

8.4.1.3 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон спектральной оптической плотности в отраженном и в проходящем свете составляет от 0,05 до 2,00 Б, а значения абсолютной погрешности измерения спектральной оптической плотности не превышают $\pm 0,03$ Б в диапазоне от 0,05 до 1,00 Б включительно и $\pm 0,3$ Б в диапазоне свыше 1,0 Б.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 1).

9.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Спектрофотометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В.Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Инженер 1й категории ФГУП «ВНИИОФИ»



И.Н. Зябликова

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от «_____» _____ 201__ года

Средство измерений: Спектрофотометры DS и XDS

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

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

Зав.№ _____ **№/№** _____

Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 011.Д4-18 «Спектрофотометры DS и XDS. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 10 января 2018 года.

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)

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %, не более 93

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерений спектральной оптической плотности, Б - в отраженном свете - в проходящем свете		от 0,10 до 2,00 от 0,10 до 2,00
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения спектральной оптической плотности, Б - в диапазоне от 0,1 до 1,0 Б включительно - в диапазоне свыше 1,0 Б		±0,01 ±0,3

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность