

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

«15» января 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Люминометры MVP ICON

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 002.Д4-22

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« » 2022 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

« » 2022 г.

Москва

2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Люминометры MVP ICON (далее – Люминометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Люминометры предназначены для проверки соблюдения мер санитарно-гигиенических мероприятий по обеспечению биобезопасности пищевых предприятий, общественных помещений, точек общественного питания и т.д. путем измерения концентрации аденозинтрифосфата (далее – АТФ) в образце.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 196-2015. Поверка Люминометров выполняется косвенным методом при определении метрологических характеристик, указанных в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики люминометров

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений концентрации АТФ, мг/л	от 0,005 до 0,1
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений концентрации АТФ, %	± 30

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр средства измерений	7	да	да
2	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	да	да
3	Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	да
4	Определение метрологических характеристик средства измерений	10		
5	Проверка диапазона и относительной погрешности измерений концентрации АТФ	10.1	да	да

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

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

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки	Средство поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Рекомендуемые типы средств поверки
п. 10.1	Рабочий эталон стандартный	Раствор АТФ натрия в дистиллированной воде:	Стандартный образец (далее –

	образец/мера по ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 № 3455	интервал допускаемых аттестованных значений концентрации АТФ натрия от 0,09 до 0,11 г/дм ³ , допускаемое значение абсолютной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата k=2) 0,015 г/дм ³ .	СО) состава водного раствора АТФ натрия ГСО 11606-2020
	Средства измерений по ГСП, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 07.02.2018 № 256	Диапазон объемов дозирования от 2,0 до 20,0 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 3,0 до ± 0,9 %.	Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (далее – дозатор). Рег. № 36152-07
Диапазон объемов дозирования от 10 до 100 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 3,0 до ± 0,8 %.		Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (далее – дозатор). Рег. № 36152-07	
Диапазон объемов дозирования от 20 до 200 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 2,5 до ± 0,6 %.		Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (далее – дозатор). Рег. № 36152-07	
Диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 2,0 до ± 0,6 %.		Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (далее – дозатор). Рег. № 36152-07	
Вспомогательное оборудование	Колбы мерные с притертой пробкой 2 класса точности	ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 см ³	Колбы мерные
	Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144-2018	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018
	АТФ жидкостные пробоотборники MVP ICON ¹⁾ , производства BioControl Systems Inc, США	-	АТФ жидкостные пробоотборники MVP ICON ¹⁾ , производства BioControl Systems Inc, США

	Измерители параметров микроклимата	Диапазон измерений температуры от минус 10 до + 50 °С Диапазон измерений относительной влажности от 30 до 98 % Диапазон измерений абсолютного атмосферного давления от 80 до 110 кПа	Измерители параметров микроклимата Метеоскоп рег. № 32014-06
--	------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------

¹⁾ предоставляется заказчиком.

3.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых Люминометров с требуемой точностью.

3.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации Люминометров, 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 15.12.2020 г. № 903н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. 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.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура воздуха от 15 до 25 °С;
- относительная влажность воздуха, не конденсирующаяся, от 40 до 80 %;
- атмосферное давление от 96 до 106 кПа.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида Люминометров проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, напечатанных в описании типа на данные системы, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр Люминометра на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера Люминометра.

7.3 Проверить комплектность Люминометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям описания типа на данные системы.

7.4 Люминометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- внешний вид Люминометра соответствует фотографическим изображениям из описания типа на данные системы;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует требованиям описания типа на данные системы;

- маркировка системы Люминометра содержит сведения о производителе, типе и серийном номере.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Включить Люминометр в соответствии с руководством по эксплуатации.


8.2 Убедиться, что после включения Люминометра, на дисплее загрузился исходный интерфейс (рисунок 1).



Рисунок 1

8.3 Люминометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если после включения были соблюдены все критерии работоспособности системы в соответствии с её руководством по эксплуатации и загрузка исходного интерфейса прошла успешно.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Нажать клавишу  на дисплее Люминометра для доступа в меню настроек и перейти в раздел «About» (рисунок 2).

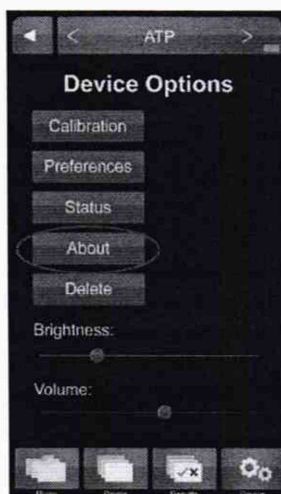


Рисунок 2

9.2 В открывшемся разделе сравнить идентификационные данные (рисунок 3) с данными из таблицы 4.



Рисунок 3

Таблица 4 – Идентификационные данные для Люминометров

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LIGHTNING MVP ICON
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	не ниже 5.0.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	—

9.3 Люминометр считают прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка диапазона и относительной погрешности измерений концентрации АТФ

10.1.1 С помощью дозатора поместить 5 мкл раствора аденозинтрифосфата натрия концентрацией 0,01 мг/л (Приложение А) на ватную палочку АТФ жидкостного пробоотборника MVP ICON (далее – тест).

10.1.2 Активировать тест путём нажатия кнопки, встряхнуть в течение 5-10 с и установить тест в люминометр, как показано на рисунке 4.

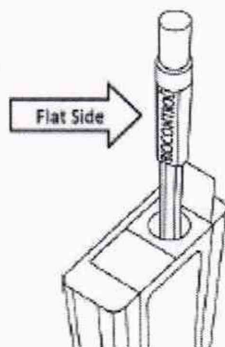


Рисунок 4

10.1.3 Провести измерения молярной концентрации АТФ в режиме «Test Point» в соответствии с главой 6 «Снятие показаний» Руководства по эксплуатации Люминометров.

10.1.4 Считать измеренные данные в единицах RLU с дисплея Люминометра (рисунок 5).

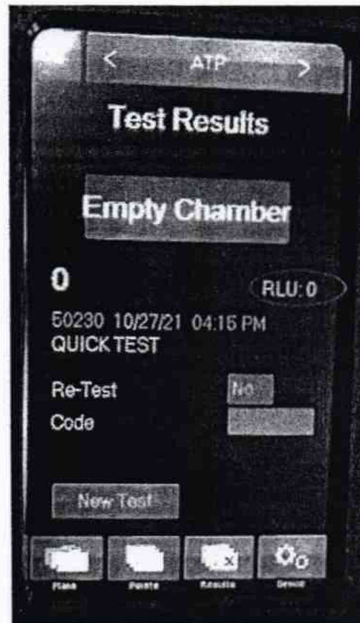


Рисунок 5

10.1.5 Повторить п. 7.4.4.1–7.4.4.4 ещё девять раз.

10.1.6 Повторить п. 7.4.4.1–7.4.4.5 с использованием остальных приготовленных растворов аденозинтрифосфата натрия на основе разбавления (Приложение А).

10.1.7 Провести обработку полученных данных в соответствии с п. 11.1.

11 Подтверждение соответствия средств измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений концентрации АТФ

11.1.1 По измеренным данным рассчитать среднее арифметическое значение концентрации АТФ дистиллированной воды и приготовленного раствора с концентрацией АТФ натрия 0,01 мг/л \bar{I} , усл. ед., по формуле (1).

$$\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}, \quad (1)$$

где I_i – измеренное значение концентрации АТФ, усл. ед.;

n – число измерений равное 10.

11.1.2 Рассчитать коэффициент градуировки K , (мг/л)/усл. ед., по формуле (3).

$$K = \frac{I_{\text{АТФ}}}{\bar{I}} \quad (2)$$

где $I_{\text{АТФ}}$ – значение концентрации АТФ натрия приготовленного раствора 0,01 мг/л.

11.1.3 Рассчитать среднее арифметическое измеренное значение концентрации АТФ приготовленных растворов 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л \bar{I} , усл. ед., по формуле (1).

11.1.4 Рассчитать действительное значение измеренной концентрации АТФ 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л $I_{\text{мг/л}}$, мг/л, по формуле (3).

$$I_{\text{мг/л}} = \bar{I} \cdot K \quad (3)$$

11.1.5 Рассчитать относительное отклонение действительного значения концентрации АТФ 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л $\Delta \bar{I}_{\text{мг/л}}$, %, по формуле (4).

$$\Delta \bar{I}_{\text{мг/л}} = \frac{I_{\text{мг/л}} - I_{\text{АТФ}}}{I_{\text{АТФ}}} \cdot 100 \% \quad (4)$$

где $I_{\text{АТФ}}$ – значение концентрации АТФ натрия приготовленных растворов 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л.

11.1.6 Рассчитать среднее квадратичное отклонение среднего арифметического результата измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л $S_{\bar{I}}$, %, по формуле (5).

$$S_{\bar{I}} = \frac{1}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n \cdot (n-1)}} \quad (5)$$

11.1.7 Рассчитать случайную составляющую погрешности измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л ε , %, по формуле (6).

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{I}}, \quad (6)$$

где t – коэффициент Стьюдента для 10 измерений и доверительной вероятности 0,95 равный 2,26.

11.1.8 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую погрешности (далее – НСП) измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л Θ_{Σ} , %, по формуле (7).

$$\Theta_{\Sigma} = 1,1 \cdot \sqrt{(\delta)^2 + (\Delta I_{\text{мг/л}})^2 + (\Theta_{\text{дозатор}})^2}, \quad (7)$$

где δ – относительная погрешность приготовления растворов АТФ натрия (см. Приложение А);

$\Theta_{\text{дозатор}}$ – значение относительного отклонения среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального дозатора, в соответствии с описанием типа на данное средство измерений, %.

11.1.9 Рассчитать среднее квадратическое отклонение НСП измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л S_{Θ} , %, по формуле (8).

$$S_{\Theta} = \frac{\Theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}}. \quad (8)$$

11.1.10 Рассчитать суммарное среднее квадратическое отклонение оценки измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л S_{Σ} , %, по формуле (9).

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\Theta}^2 + S_{\bar{I}}^2}. \quad (9)$$

11.1.11 Вычислить относительную погрешность измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,05 и 0,1 мг/л Δ , %, по формуле (10).

$$\Delta = S_{\Sigma} \cdot k, \quad (10)$$

где k – коэффициент, определяющийся по формуле (11).

$$k = \frac{\varepsilon + \Theta_{\Sigma}}{S_{\bar{I}} + S_{\Theta}}. \quad (11)$$

11.1.12 За относительную погрешность измерений концентрации АТФ принимают наибольшее из полученных в соответствии п. 11.1.11 значение.

11.1.13 Люминометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если диапазон измерений концентрации АТФ, полученный согласно п.11.1.4, составляет от 0,005 до 0,1 мг/л и значение относительной погрешности измерений концентрации АТФ, полученное согласно п. 11.1.12, не превышает ± 30 %.

11.2 Люминометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом. В ином случае Люминометр считается прошедшей поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 При положительных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

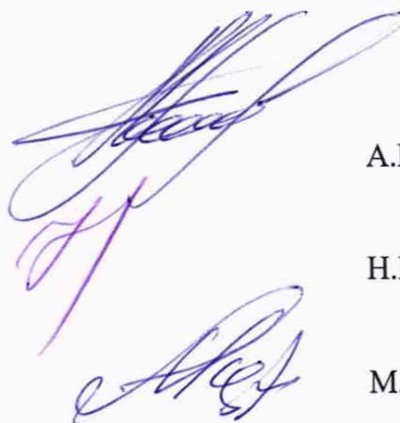
12.3 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник сектора отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»

Ведущий научный сотрудник отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»

Three handwritten signatures in blue ink are positioned to the right of the text. The top signature is the most prominent and appears to be 'А.В. Иванов'. Below it is a smaller signature, likely 'Н.Ю. Грязских'. The bottom signature is also smaller and likely 'М.М. Чугунова'.

А.В. Иванов

Н.Ю. Грязских

М.М. Чугунова

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Методика приготовления растворов аденозинтрифосфата натрия на основе разбавления
ГСО 11606-2020

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов аденозинтрифосфата натрия (далее – растворы) на основе разбавления ГСО 11606-2020, предназначенных для проведения поверки люминометров. Приготовленные растворы имеют значения концентрации АТФ натрия 0,005; 0,001; 0,05 и 0,1 мг/л.

А.2 Нормы и погрешности

А.2.1 Характеристики погрешности приготовленных растворов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления.

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение приготовленных растворов со значениями погрешности, не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов ($\pm\Delta A$), приведенных в таблице А.2, при соблюдении всех регламентированных условий.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

А.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 мл;

А.3.2 1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования от 10 до 100 мкл (рег. № 36152-07). Допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального от $\pm 3,0$ до $\pm 0,8$ % при температуре (22 ± 2) °С;

1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального от $\pm 2,0$ до $\pm 0,6$ % при температуре (22 ± 2) °С.

А.3.3 Стандартный образец состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия ГСО 11606-2020. Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации аденозинтрифосфата натрия в СО: 0,09-0,11 г/дм³. Допускаемое значение абсолютной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) 0,01 г/дм³

А.4 Требования безопасности

А.4.1 Применение ГСО состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

А.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

А.6 Условия приготовления растворов

А.6.1 Приготовление растворов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- | | |
|----------------------------------------------------|---------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25; |
| - относительная влажность (не конденсирующаяся), % | от 40 до 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 96 до 106. |

А.6.2 Растворы следует готовить непосредственно в день измерений.

Растворы хранению не подлежат.

А.7 Приготовление растворов

Для приготовления растворов стандартный образец состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия (ГСО 11606-2020) или промежуточный раствор необходимо разбавить дистиллированной водой в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1– Приготовление растворов

№ раствора	Разбавление	Диапазон объема используемого дозатора, мкл	Концентрация АТФ натрия полученного раствора, мг/л
промежуточный раствор	250 мкл ГСО11606-2020	100 - 1000	1,0
1	125 мкл промежуточного раствора	100 - 1000	0,005
2	250 мкл промежуточного раствора	100 - 1000	0,01
3	12,5 мкл ГСО11606-2020	10 - 100	0,05
4	25 мкл ГСО11606-2020	10 - 100	0,1

А.8 Оценка метрологических характеристик растворов

А.8.1 Значения абсолютной погрешности приготовленных растворов АТФ натрия, рассчитанные по формуле (А.1), приведены в таблице А.2.

$$\Delta A = \frac{\delta \cdot I}{100}, \quad (\text{А.1})$$

где δ – относительная погрешность АТФ натрия приготовления растворов, рассчитываемая по формуле (А.2), %;

I – концентрация АТФ натрия приготовленных растворов, мг/л.

А.8.2 Произвести расчёт относительной погрешности АТФ натрия приготовления растворов по формулам (А.2.1 для растворов №3 и 4, А.2.2 для растворов 1 и 2)

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (\text{А.2.1})$$

$$\delta = \sqrt{2 \cdot \delta_1^2 + 2 \cdot \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (\text{А.2.2})$$

$$\delta_1 = \frac{\Delta V_{\kappa}}{V_{\kappa}} \cdot 100, \quad (\text{А.3})$$

$$\delta_3 = \frac{u_{co} \cdot 1000}{\sqrt{3}}, \quad (\text{А.4})$$

где δ_1 – относительная погрешность измерений объема мерной колбы, рассчитанная по формуле (А.3), %;

δ_2 – относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального 1-канального механического дозатора, % (из описания типа дозатора);

δ_3 – относительная погрешность СО АТФ натрия, рассчитанная по формуле (А.4), %;

u_{co} – значение абсолютной расширенной неопределенности СО АТФ натрия, мг/л, в соответствии с паспортом на СО АТФ натрия;

ΔV_{κ} – абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы, мл (в соответствии с ГОСТ 1770-74);

А.9 Оформление результатов

А.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов записывают в таблицу А.2.

Таблица А.2 – Метрологические характеристики растворов

№ приготовленного раствора	Концентрация АТФ натрия, мг/л	Абсолютная погрешность концентрации АТФ натрия, мг/л	Относительная погрешность концентрации АТФ натрия, %
1	0,005	0,001	20
2	0,01	0,002	20
3	0,05	0,009	18
4	0,1	0,017	17

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ

Люминометры MVP ICON

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)

Заводской номер:

Год выпуска:

Владелец СИ:

ИНН владельца СИ:

Применяемые эталоны:

Применяемая методика поверки: МП 002.Д4-22 «ГСИ. Люминометры MVP ICON. Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Диапазон измерений концентрации АТФ, мг/л	от 0,005 до 0,1		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений концентрации АТФ, %	± 30		

5. Заключение по результатам поверки:

Поверитель:

Подпись

Фамилия И.О.

Дата поверки:

Руководитель
отделения:

Подпись

Фамилия И.О.