

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Е.А. Гаврилова
2023 г.

**«ГСИ. Спектрофотометр DS2500 Liquid Analyzer.
Методика поверки»**

МП 035.Д4-23

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«11» 09 2023 г.

Москва
2023 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрофотометр DS2500 Liquid Analyzer серийный номер 91857749 (далее – спектрофотометр), предназначенный для измерений оптической плотности в проходящем свете при контроле сырья, производственного процесса, готовой продукции.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц оптической плотности (ГЭТ 206-2016) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2085 от 28.09.2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений оптической плотности».

Поверка спектрофотометра выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрофотометра указаны в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений оптической плотности, Б	от 0,05 до 2,00
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений оптической плотности, Б, в диапазоне измерений оптической плотности:	
-от 0,05 до 0,50 Б включ.	± 0,03
-св. 0,50 до 1,00 Б включ.	± 0,10
-св. 1,00 до 2,00 Б	± 0,30

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
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 средства измерений			10
Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений оптической плотности	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

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

2.3 Первичная (периодическая) поверка, проводится на основании письменного заявления владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +15 °С до +25 °С;
- относительная влажность не более 60 %;
- атмосферное давление от 94 до 106 кПа.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на спектрофотометры.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки, требующая применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °С до +25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,2 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 до 97 % с абсолютной погрешностью не более 2 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11
п. 10 Определение метрологических характеристик	Рабочий эталон 1-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2085 от 28.09.2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений оптической плотности» Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений оптической плотности $\pm 0,006$ Б в диапазоне измерений от 0,010 до 0,400 Б, $\pm 0,01$ Б в диапазоне измерений св. 0,40 до 2,00 Б.	Комплект мер оптической плотности КМОП-Н-Р, рег. № 83203-21
	Вспомогательное оборудование	
Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ, (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 $\pm 2,0$ %		

Операция поверки, требующая применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Кюветы для анализа диаметр 8 мм ¹⁾ (далее – кюветы);	
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	
Примечание: ¹⁾ предоставляется заявителем		

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть поверены в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.2 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.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации на спектрофотометр.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1.1 Проверку внешнего вида спектрофотометра проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, имеющих в описании типа на данный спектрофотометр, и образца, представленного на поверку.


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

7.1.3 Проверить комплектность спектрофотометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям описания типа на данный спектрофотометр.

7.1.4 Спектрофотометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- внешний вид спектрофотометра соответствует фотографическим изображениям из описания типа на данный спектрофотометр;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует требованиям описания типа на данный спектрофотометр;
- маркировка спектрофотометра содержит сведения о производителе, типе и серийном номере.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 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 самопроверка спектрофотометра

8.2 После успешной самопроверки на экране компьютера появится главное окно ПО.

8.3 Этап поверки пройден с положительным результатом, если спектрофотометр вышел на рабочий режим в полном соответствии с руководством по эксплуатации, на мониторе, подключенного к спектрофотометру ПК появилось главное окно ПО, отсутствуют сообщения о наличии ошибок.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в таблице 4

9.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения - спектрофотометров необходимо в главном окне ПО зайти во вкладку Help и затем нажать на раздел About. После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения. см. рис. 1 и 2

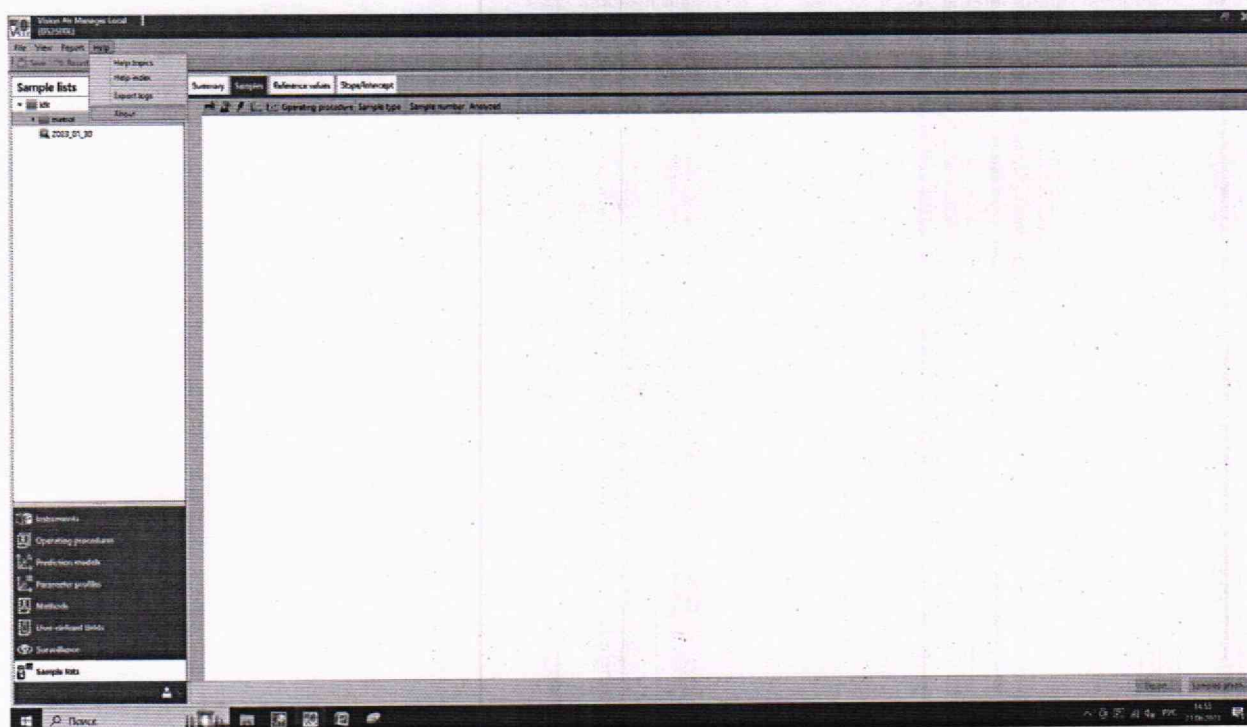


Рисунок 1 – Главное меню

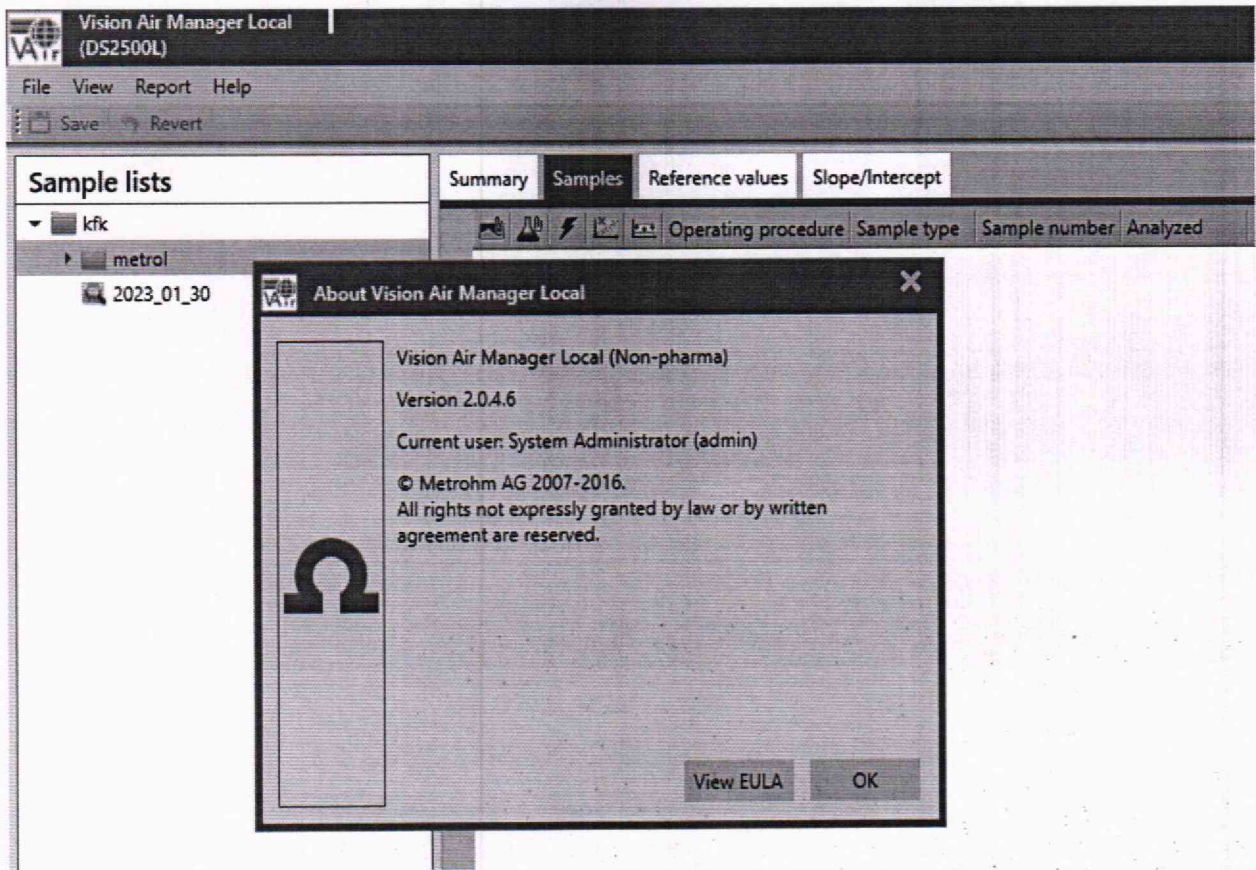


Рисунок 2 – Версия ПО

Таблица 4 – Идентификационные данные (признаки)

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Vision Air Manager Local
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.0.4.6
Цифровой идентификатор ПО	-

9.2 Спектрофотометр считают прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений оптической плотности

Перед проведением измерений необходимо проверить соответствие условий окружающей среды условиям, указанным в п. 3 с помощью средств измерений температуры окружающей среды, влажности, указанных в таблице 3.

10.1.1 Проверку диапазона измерений оптической плотности совмещают с определением абсолютной погрешности измерений оптической плотности.

10.1.2 Подготовить комплект мер оптической плотности КМОП-Н-Р (далее – комплект КМОП-Н-Р) в соответствии с руководством по эксплуатации на него.

10.1.3 В кювету с помощью дозатора поместить дистиллированную воду объемом не менее 1 мл.

10.1.4 Повторить пункт 10.1.3 для мер №№ 1-5 из комплекта КМОП-Н-Р.

10.1.5 Установить кювету с дистиллированной водой в отделение для образцов спектрофотометра

10.1.6 Провести измерение значения фонового сигнала путём измерения оптической плотности воды на не менее пяти длинах волн из спектрального диапазона от 340 до 1100 нм

(например: 340, 405, 510, 620, 780, 850, 1100 нм) по процедуре, описанной в приложении Б к настоящей методике поверки.

10.1.7 Провести 3-х кратное измерение оптической плотности мер №№ 1-5 из комплекта КМОП-Н-Р на тех же длинах волн, указанных в п. 10.1.6.

10.1.8 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 По результатам измерений рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности, \bar{D} , B , для каждой меры из комплекта на каждой заданной длине волны по формуле

$$\bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n} \quad (1)$$

где D_i – измеренное значение оптической плотности спектрофотометром, B ;
 n – количество повторов измерений на спектрофотометре, равное 3.

11.2 Рассчитать значения абсолютной погрешности результата измерений оптической плотности (Δ), B по формуле

$$\Delta = \pm (\bar{D} - D_s - D_\phi) \quad (2)$$

где D_s – действительное (номинальное) значение оптической плотности меры из комплекта КМОП-Н-Р на заданной длине волны для длины оптического пути 0,6 см, взятое из протокола поверки, B .

D_ϕ – значение фонового сигнала, полученного в результате измерений по п. 10.1.5-10.1.6, B .

11.3 Спектрофотометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом, полученные значения совпадают с указанными в таблице 1. В ином случае спектрофотометр считается прошедшим 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 А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 Спектрофотометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае спектрофотометр считается прошедшим поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

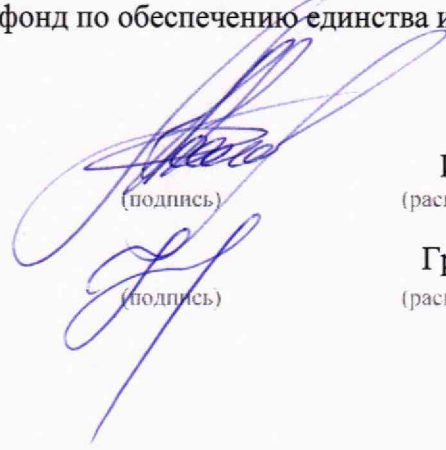
12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510.

12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4
(должность)

Начальник сектора отдела Д-4
(должность)



(подпись)

(подпись)

Иванов А.В.
(расшифровка подписи)

Грязских Н.Ю.
(расшифровка подписи)

Приложение А
(Рекомендуемое)

к МП 035.Д4-23 «ГСИ. Спектрофотометр DS2500 Liquid Analyzer.
Методика поверки»
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ

Спектрофотометр DS2500 Liquid Analyzer (рег. номер _____)

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

Серийный номер: 91857749
 Год выпуска:
 Изготовитель
 Владелец СИ:
 Применяемые эталоны:
 Применяемая методика поверки: МП 035.Д4-23 «ГСИ. Спектрофотометр DS2500 Liquid Analyzer. Методика поверки»

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

Проведение поверки:

- 1 Внешний осмотр:
- 2 Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:

Проверка идентификации программного обеспечения:

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	

4. Определение метрологических характеристик:

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Мера 1	Длина волны*, нм							
	405	510	600	700	800	900	1000	1100
$D_{в, Б}$								
1								
2								
3								
$\overline{D}, Б$								
$D_{э, Б}$								
$\Delta D_{э, Б}$								
$Q_{D, Б}$								

*- Здесь и далее значение длины волны может указываться от указанных длин волн, но должно находиться в диапазоне от 400 до 1100 нм

Мера 2	Длина волны, нм							
	405	510	600	700	800	900	1000	1100
$D_{в, Б}$								
1								

2								
3								
\bar{D}, B								
D_{λ}, B								
$\Delta D_{\lambda}, B$								
$Q_{D, B}$								

Мера 3	Длина волны, нм							
	405	510	600	700	800	900	1000	1100
$D_{B, B}$								
1								
2								
3								
\bar{D}, B								
D_{λ}, B								
$\Delta D_{\lambda}, B$								
$Q_{D, B}$								

Мера 4	Длина волны, нм							
	405	510	600	700	800	900	1000	1100
$D_{B, B}$								
1								
2								
3								
\bar{D}, B								
D_{λ}, B								
$\Delta D_{\lambda}, B$								
$Q_{D, B}$								

Мера 5	Длина волны, нм							
	405	510	600	700	800	900	1000	1100
$D_{B, B}$								
1								
2								
3								
\bar{D}, B								
D_{λ}, B								
$\Delta D_{\lambda}, B$								
$Q_{D, B}$								

Таблица А.2 – Метрологические характеристики

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Диапазон измерений оптической плотности, Б	от 0,05 до 2,0		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений оптической			

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
плотности, Б, в диапазоне измерений оптической плотности: -от 0,05 до 0,50 включ., Б, -св. 0,50 до 1,00 включ., Б -св. 1,00 до 2,00 Б	$\pm 0,03$ $\pm 0,10$ $\pm 0,30$		

5 Заключение по результатам поверки:

Начальник отдела:

Дата поверки:

Подпись_____
Фамилия И.О.

Поверитель:

Подпись_____
Фамилия И.О.

Приложение Б (Обязательное)

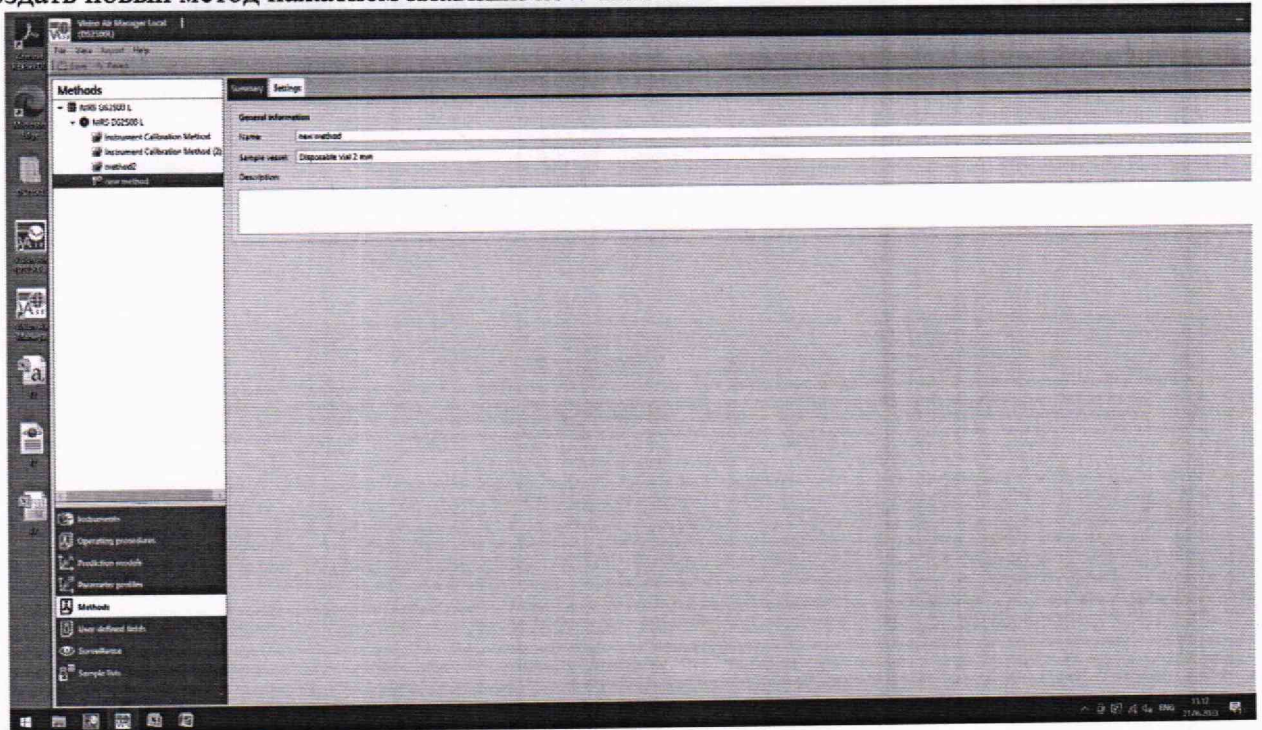
к МП 035.Д4-23 «ГСИ. Спектрофотометр DS2500 Liquid Analyzer.
Методика поверки»

Пошаговая процедура проведения измерений оптической плотности

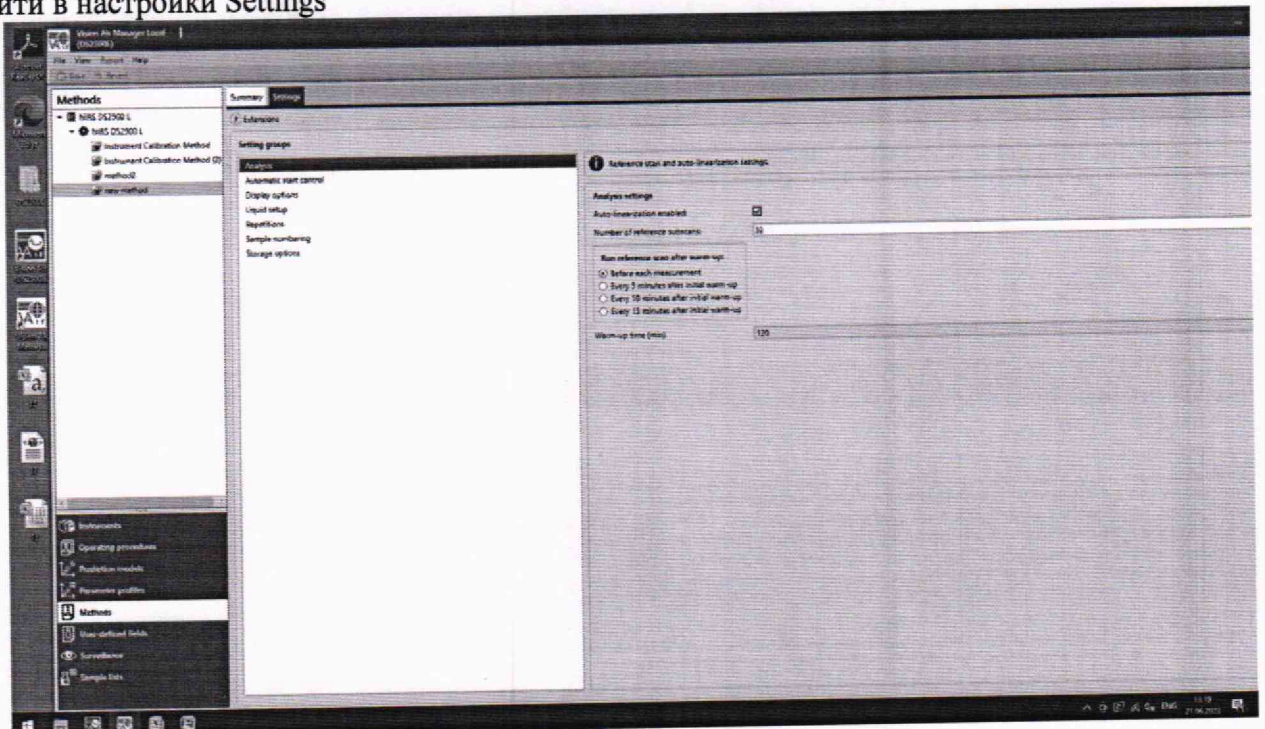
Для получения графика спектра зависимости оптической плотности от длины волны
необходимо

Войти в ПО Vision Air Manager Local

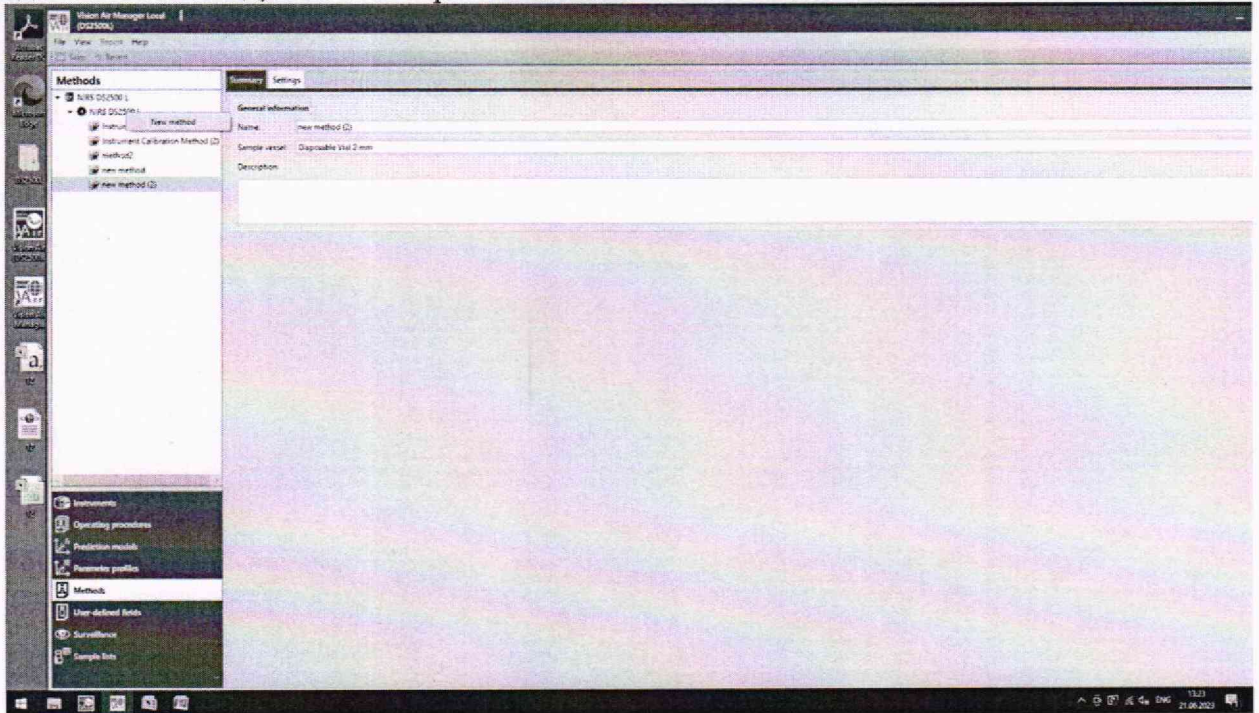
Создать новый метод нажатием клавиши new method



Зайти в настройки Settings

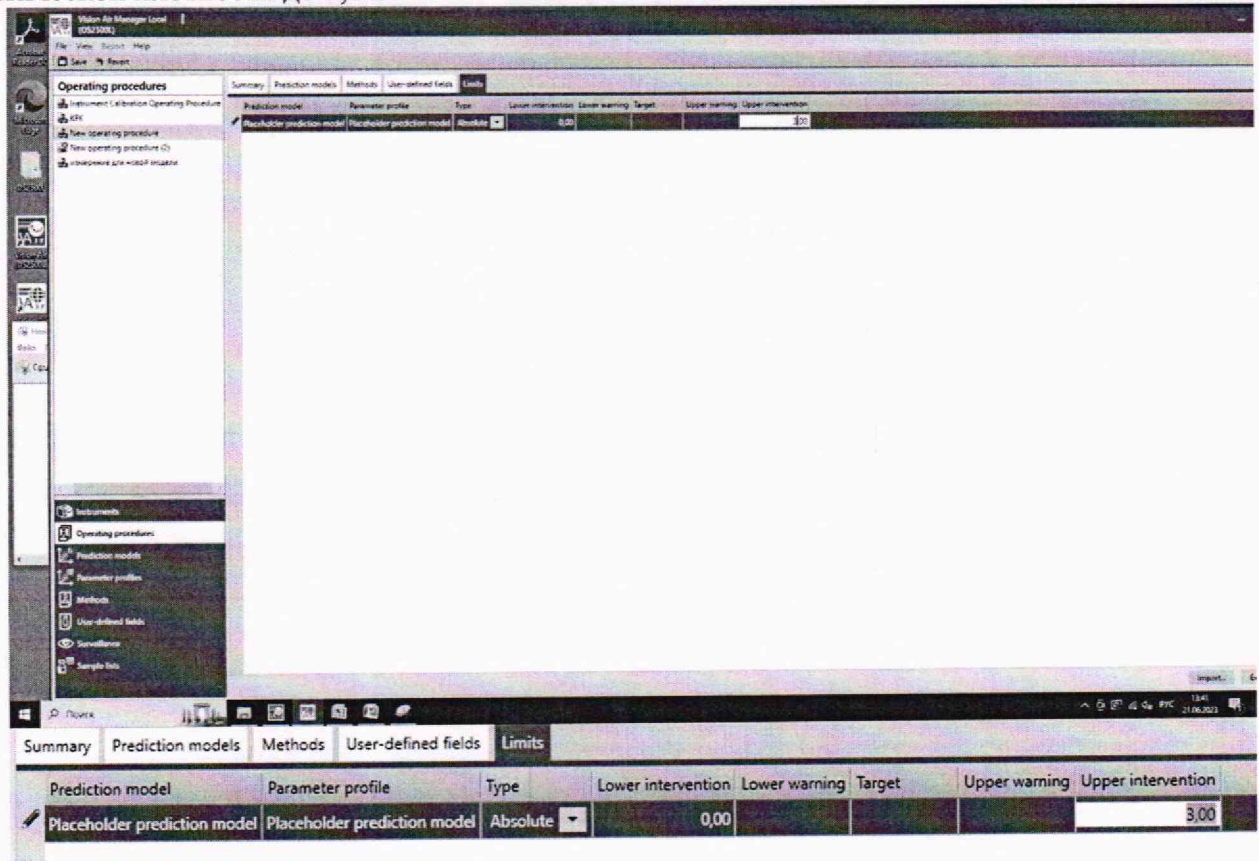


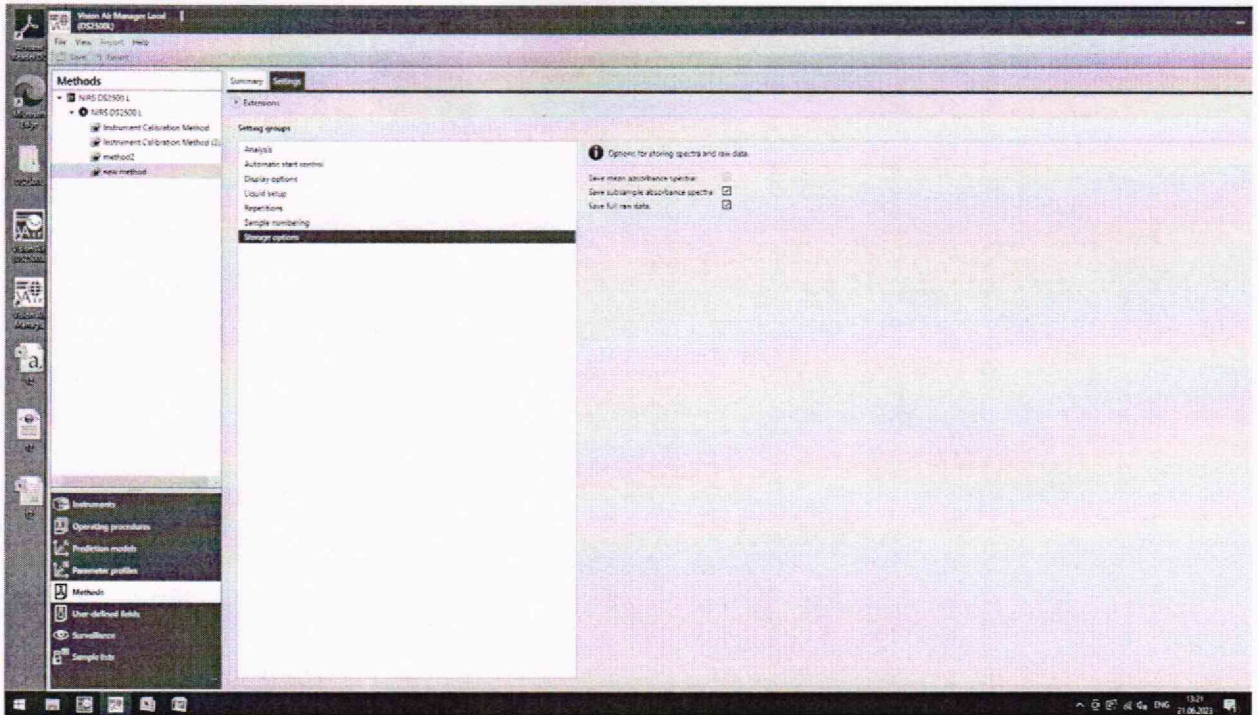
Создать новый метод, нажатием правой кнопкой мыши на NIRS DS2500 L



Изменить настройки, если это необходимо.

Во вкладке Operating procedures установить во вкладке Limits пределы измерения оптической плотности до 3,0 Б

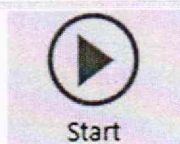
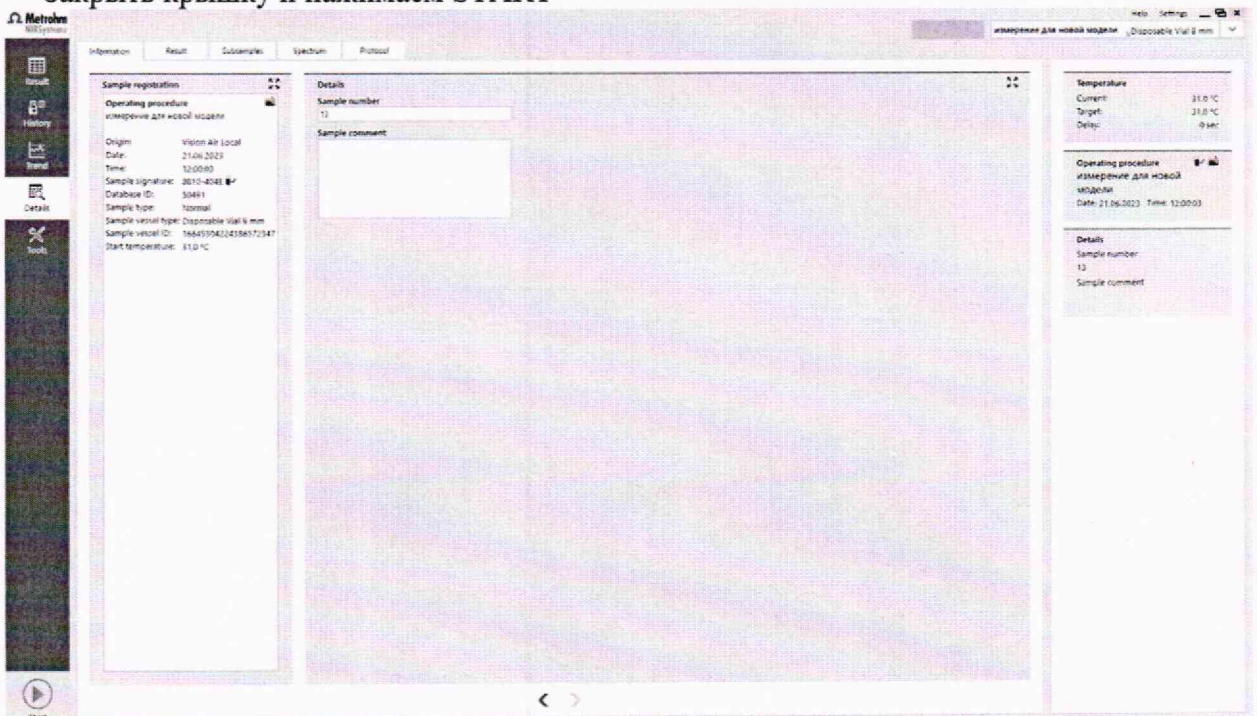




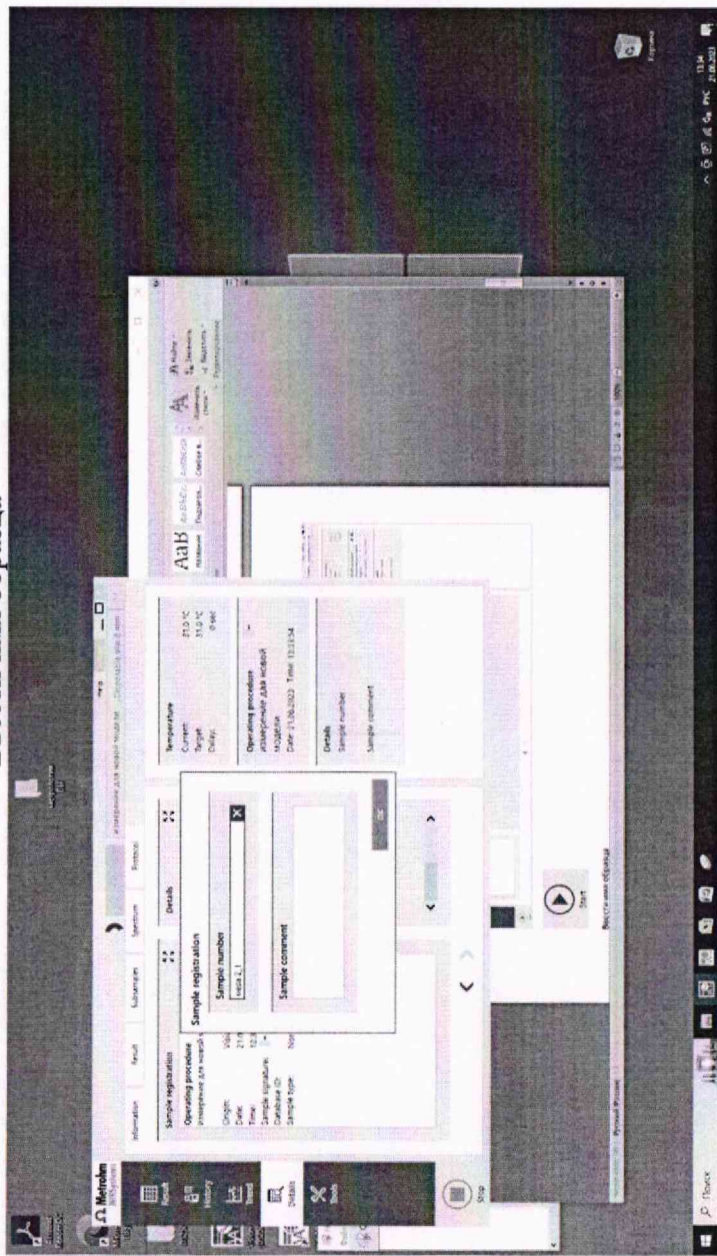
Далее зайти в программу пользователя Vision Air



- Добавляем 1 мл Меры 1 из комплекта КМОП-Н-Р в виалу.
- Установить заполненную виалу в кюветодержатель спектрофотометра.
- Закреть виалу пробкой.
- Надавить пальцем на виалу, до её полного погружения (до упора).
- Закреть крышку и нажимаем START



Ввести имя образца



Для просмотра полученного спектра перейти в ПО Vision Air Manager



Во вкладке Surveillance

Surveillance

Home Diagnostics Events Alerts Reports

Operating procedure: All operating procedures
 Sample type: All sample types
 Reference status: All samples

Analyzed period:
 From: 14.08.2023 To: 15.08.2023

Samples to show: 150

Show active information Show secondary parameters

Sample ID	Operating procedure	Sample type	Sample number	Analysis	Operating procedure	Sample ID	Operating procedure	Sample number	Analysis
164515023118948	операция при вводе реагента	Normal	2	method	164515023118948	операция при вводе реагента	2	method	164515023118948
164515023118949	операция при вводе реагента	Normal	3	method	164515023118949	операция при вводе реагента	3	method	164515023118949
164515023118950	операция при вводе реагента	Normal	4	method	164515023118950	операция при вводе реагента	4	method	164515023118950
164515023118951	операция при вводе реагента	Normal	5	method	164515023118951	операция при вводе реагента	5	method	164515023118951
164515023118952	операция при вводе реагента	Normal	6	method	164515023118952	операция при вводе реагента	6	method	164515023118952
164515023118953	операция при вводе реагента	Normal	7	method	164515023118953	операция при вводе реагента	7	method	164515023118953
164515023118954	операция при вводе реагента	Normal	8	method	164515023118954	операция при вводе реагента	8	method	164515023118954
164515023118955	операция при вводе реагента	Normal	9	method	164515023118955	операция при вводе реагента	9	method	164515023118955
164515023118956	операция при вводе реагента	Normal	10	method	164515023118956	операция при вводе реагента	10	method	164515023118956
164515023118957	операция при вводе реагента	Normal	11	method	164515023118957	операция при вводе реагента	11	method	164515023118957
164515023118958	операция при вводе реагента	Normal	12	method	164515023118958	операция при вводе реагента	12	method	164515023118958
164515023118959	операция при вводе реагента	Normal	13	method	164515023118959	операция при вводе реагента	13	method	164515023118959
164515023118960	операция при вводе реагента	Normal	14	method	164515023118960	операция при вводе реагента	14	method	164515023118960
164515023118961	операция при вводе реагента	Normal	15	method	164515023118961	операция при вводе реагента	15	method	164515023118961
164515023118962	операция при вводе реагента	Normal	16	method	164515023118962	операция при вводе реагента	16	method	164515023118962

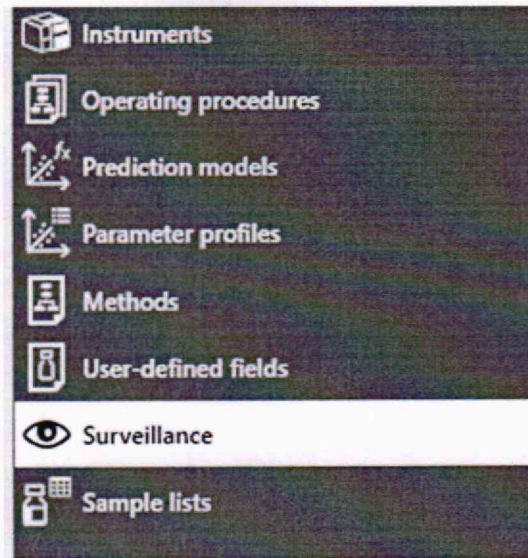
Filter on values:

Method: method
 Operating procedure: All operating procedures
 Sample type: All sample types
 Reference status: All samples

Samples to show: 150

Show active information Show secondary parameters

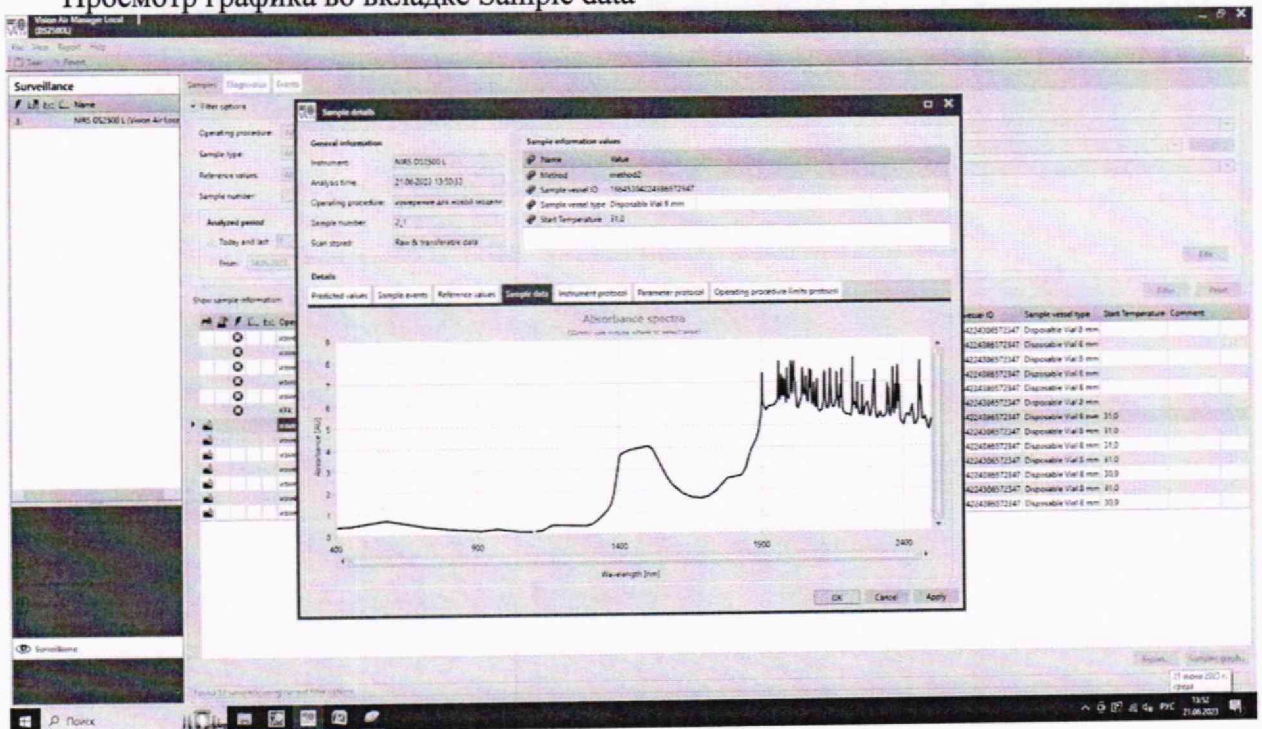
Report



Выбрать строчку с измеренным тестом двухкратным нажатием

				Operating procedure	Sample type	Sample number	Analyzed	PI
			⊗	измерение для новой модели	Normal	7	21.06.2023 11:09:48	
			⊗	измерение для новой модели	Normal	6	21.06.2023 11:07:16	
			⊗	измерение для новой модели	Normal	5	21.06.2023 11:02:24	
			⊗	измерение для новой модели	Normal	2	21.06.2023 11:01:17	
			⊗	измерение для новой модели	Normal	1	21.06.2023 10:59:55	
			⊗	KFK	Normal	1	21.06.2023 10:47:27	
				измерение для новой модели	Normal	мера 2_1	21.06.2023 13:33:54	

Просмотр графика во вкладке Sample data



Определить точное значение на конкретной длине волны с помощью масштабирования

