



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:201_

Метрологія

Методика повірки

Спектрофотометри

(Проект, перша редакція)

Київ

201_

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ»
- 2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від ____ _____
201_ р. № ____ з 201__-__-__
- 3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України
- 4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням чинності в Україні МПУ 305/11-2010 Рекомендації. Метрологія. Спектрофотометри ультрафіолетової, видимої та ближньої інфрачервоної області спектру. Методика повірки).

Право власності на цей документ належить державі

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 201_

ЗМІСТ

	С.
Вступ	
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	2
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Позначки та скорочення.....	3
5 Операції повірки.....	3
6 Засоби повірки.....	4
7 Вимоги до кваліфікації персоналу.....	5
8 Умови проведення повірки.....	6
9 Вимоги щодо безпеки.....	6
10 Підготовка до проведення повірки.....	7
11 Проведення повірки.....	7
12 Оформлення результатів повірки.....	11
Додаток А (довідковий) Форма протоколу повірки.....	13
Додаток Б (довідковий) Бібліографія.....	19

ВСТУП

Цей стандарт застосовують для перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – спектрофотометрів, що перебувають в експлуатації.

Спектрометри призначені для вимірювання спектрів пропускання, поглинання та відбиття твердих, рідких та сипучих зразків речовин при проведенні клініко-діагностичних досліджень, аналізі показників сільськогосподарської та харчової продукції та екологічному контролю.

Під час розроблення стандарту було застосовано:

ДСТУ OIML R 135:2014 Спектрофотометри для медичних лабораторій. Загальні положення.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія
Методика повірки
Спектрофотометри
Metrology
Verification procedure
Spectrophotometers

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на спектрофотометри ультрафіолетової, видимої та ближньої інфрачервоної області спектру (далі – спектрофотометри) та встановлює методику їх повірки, а саме: операції повірки, засоби повірки, вимоги до кваліфікації персоналу, умови проведення повірки, вимоги щодо безпеки, підготовку до проведення та проведення повірки, обробку результатів вимірювань та оформлення результатів повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип спектрофотометрів), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку спектрофотометрів.

1.4 Під час повірки спектрофотометра необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на спектрофотометр та засоби повірки, зазначені в розділі 6 цього стандарту.

прДСТУ ____: 201_

1.5 Міжповірочний інтервал спектрофотометрів визначають згідно з [4].

1.6 Повірка спектрофотометрів, які не застосовують у сфері законодавчо регульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки повірки викладено в розділі 8 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

НПАОП 40.1-1.01-97 Правила безпечної експлуатації електроустановок.

НПАОП 73.1-1.06-77 (НАОП 1.3.10-1.06-77) Основные правила безопасной работы в химических лабораториях (Загальні правила безпечної роботи в хімічних лабораторіях).

Примітка. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано терміни, додатково вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 заважаюче випромінювання.

Випромінювання, яке має довжину хвилі відмінну від встановленої (обраної), яке викликане розсіюванням та дифракцією в монохроматорі, а також завдяки ефектам іншим елементів оптичної системи і безпосередньо зразка. Заважаюче випромінювання може впливати на

вимірний спектральний коефіцієнт спрямованого пропускання, особливо в ультрафіолетовому діапазоні спектру.

3.2 міра для контролю рівня заважаючого випромінювання.

Світлофільтр з матеріалу, який не пропускає (відсікає) випромінювання з довжинами хвиль нижче певного значення, та світлопропускання різко зростає вище цього значення.

3.3 спектральний коефіцієнт спрямованого пропускання.

Співвідношення спрямованого світлового потоку певної довжини хвилі, що пройшов крізь матеріал або речовину, до падаючого світлового потоку.

4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

T_{λ} – спектральний коефіцієнт спрямованого пропускання, %;

λ – довжина хвилі випромінювання, нм.

5 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

5.1 Під час проведення повірки спектрофотометра виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1 – Перелік операцій повірки

Н.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки	Проведення операції під час повірки після ремонту
1	Зовнішній огляд	11.1	+	+
2	Перевірка працездатності	11.2	+	+
2.1	Перевірка функціонування	11.2.2	+	+
3	Контроль метрологічних характеристик	11.3	+	+
3.1	контроль нестабільності показів	11.3.1	+	+
3.2	контроль допустимого відхилення довжини хвилі від значення, встановленого за шкалою довжин хвиль	11.3.2	+	+
3.3	контроль абсолютної похибки спектрофотометра		+	+

	при вимірюванні спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання			
3.4	контроль рівня заважаючого випромінювання		+	+

5.2 У разі отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, спектрофотометр визнається не придатним до застосування.

6 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

6.1 Перелік еталонів та допоміжного обладнання, а також операції повірки, під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Номер розділу або пункту методики	Назва еталона , метрологічні характеристики
11.3.2	Робочий еталон – міра довжин хвиль смуг поглинання ; розширена невизначеність $U = (0,05 - 0,1)$ нм в діапазоні довжин хвиль від 200 нм до 800 нм та $U = (0,1 - 0,2)$ нм в діапазоні довжин хвиль понад 800 нм до 2500 нм. Для спектрофотометрів із спектральною шириною щілини 1 нм і більше допускається застосування інших мір довжин хвиль смуг поглинання з розширеною невизначеністю $U = (0,1 - 0,5)$
11.3.3	Робочий еталон – комплект мір спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання; розширена невизначеність $U = (0,2 - 0,7)$ % (для ультрафіолетової та інфрачервоної областей спектру), комплект мір спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання; розширена невизначеність $U = (0,1 - 0,3)$ % (для видимої області спектру)
11.3.4	Міра для контролю рівня заважаючого випромінювання

Примітка 1. Співвідношення між розширеною невизначеністю вимірювань за певної довірчої ймовірності, що забезпечують еталони, та максимально допустимою похибкою спектрофотометра, що підлягає повірці, повинно становити не менше ніж 1:3.

Примітка 2. Еталони повинні бути каліброваними з дотриманням міжкалібрувальних інтервалів. Простежуваність еталонів повинна бути документально підтверджена. Застосування еталонів повинно відповідати вимогам, встановленим розділом 5 ДСТУ OIML D 8, ДСТУ OIML D 23.

Таблиця 3 – Допоміжне обладнання, необхідне для проведення повірки

Пункт стандарту	Назва допоміжного обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
7	Термогігрометр будь-якого типу; діапазон вимірювань температури – від 0 °С до 50 °С, границі абсолютної похибки вимірювання температури – $\pm 0,5$ °С, діапазон вимірювання відносної вологості повітря – від 10 % до 95 %, границі абсолютної похибки вимірювання відносної вологості повітря – ± 5 %

Примітка 1. Еталони повинні мати чинні сертифікати/свідоцтва про калібрування, а допоміжне обладнання повинно мати чинні сертифікати/свідоцтва про калібрування або повірку.

Примітка 2. Метрологічні та технічні характеристики допоміжного обладнання, необхідного для проведення повірки, повинні бути документально засвідчені. Вимоги до допоміжного обладнання встановлено в ДСТУ OIML D 23.

Примітка 3. Дозволяється застосування інших засобів повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

7.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки спектрофотометра, повинен відповідати вимогам [3].

7.2 До повірки допускаються фахівці, які:

– вивчили порядок роботи зі спектрофотометром (експлуатаційні документи на спектрофотометр);

прДСТУ ____: 201_

– пройшли в установленому порядку інструктаж з охорони праці та техніки безпеки на робочому місці.

8 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

Під час проведення повірки в лабораторії повинні виконуватися такі умови:

– температура навколишнього повітря повинна бути в діапазоні від 15°C до 25 °C;

– відносна вологість повітря – до 80 %.

Умови проведення повірки повинні бути документовані у протоколі повірки, форму та вимоги до змісту якого наведено в додатку Б до цього стандарту.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час проведення повірки необхідно дотримуватися вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, наведених в експлуатаційних документах на аналізатор та засоби повірки.

9.2 Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане протипожежною сигналізацією та засобами пожежогасіння.

9.3 Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією.

9.4 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії спектрофотометра і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

9.5 Вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимих концентрацій, встановлених ГОСТ 12.1.005. Контроль за вмістом шкідливих речовин у повітрі робочої зони здійснюється у порядку, встановленому органами державного санітарного нагляду.

10 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

10.1 Перед проведенням повірки необхідно:

- пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих спектрофотометрів, що введені в обіг після введення технічного регламенту [5] або свідоцтва про попередню повірку;
- підготувати засоби повірки відповідно їх експлуатаційних документів.

11 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

11.1 Зовнішній огляд

11.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

11.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено наступне:

- комплектність відповідає вимогам експлуатаційних документів виробника;
- відсутні зовнішні пошкодження спектрофотометра;
- відсутні дефекти, що ускладнюють зчитування маркування аналізатора;
- відсутні дефекти та пошкодження екрану (у випадку, коли спектрофотометр не керується за допомогою зовнішнього комп'ютера);

11.1.3 Результати зовнішнього огляду заносять до протоколу повірки.

11.2 Перевірка працездатності

11.2.1 Для перевірки працездатності здійснюють такі операції:

- контроль функціонування;
- контроль юстування джерела випромінювання.

11.2.2 Контроль функціонування спектрофотометра проводиться в автоматичному режимі при включенні. Результат перевірки вважають

прДСТУ ____: 201_

позитивним, якщо після включення спектрофотометра виконані всі операції самоконтролю (відсутні повідомлення про помилки).

11.2.3 Встановити довжину хвилі 540 нм. У кюветне відділення помістити білий аркуш паперу. Світлова пляма на аркуші повинна мати чітку границю та бути рівномірною по всьому полю.

11.2.4 Результати перевірки працездатності заносять до протоколу повірки.

11.3 Визначення метрологічних характеристик

11.3.1 Контроль нестабільності показів

11.3.1.1 Встановити довжину хвилі випромінювання 540 нм.

11.3.1.2 Встановити значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання 100 % при порожньому вимірювальному каналі відповідно до експлуатаційних документів.

11.3.1.3 Протягом 5 хвилин реєструвати покази спектрального коефіцієнта пропускання з інтервалом 60 секунд.

11.3.1.4 Визначити нестабільність показів спектрофотометра за формулою (1):

$$\Delta T_{i\lambda} = |T_{i\lambda} - 100|, \quad (1)$$

де $T_{i\lambda}$ – і-те значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання на довжині хвилі λ , %.

11.3.1.5 Операції за 10.3.1.1 – 10.3.1.4 повторити для довжин хвиль випромінювання 250 нм та 1000 нм (350 нм та 850 нм для спектрофотометрів з меншим спектральним діапазоном).

11.3.1.6 Результати контролю нестабільності показів занести до протоколу повірки.

11.3.1.7 Результат операції вважається позитивним, якщо одержане значення, розраховане за формулою (1), не перевищує вказану в експлуатаційних документах.

11.3.2 Контроль допустимого відхилення довжини хвилі від значення, встановленого за шкалою довжин хвиль

11.3.2.1 Встановити згідно з експлуатаційними документами на спектрофотометр:

- мінімальний крок сканування;
- діапазон сканування від $(\lambda_k - 4\Delta\lambda)$ до $(\lambda_k + 4\Delta\lambda)$,

де λ_k – значення довжини хвилі k -го максимуму поглинання міри довжин хвиль смуг поглинання,

$\Delta\lambda$ – допустиме відхилення довжини хвилі від встановленого значення згідно з експлуатаційними документами;

- мінімальне значення спектральної ширини щілини;
- значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання 100 % в обраному діапазоні довжин хвиль при порожньому вимірювальному каналі (для спектрофотометрів, у яких відсутня можливість автоматичного сканування, встановити значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання 100 % в початковій точці діапазону сканування).

11.3.2.2 Встановити у вимірювальний канал міру довжин хвиль смуг поглинання.

11.3.2.3 Виконати операцію сканування згідно з експлуатаційними документами на спектрофотометр.

11.3.2.4 Зареєструвати виміряні значення довжин хвиль максимумів поглинання групи (або однієї довжини хвилі максимуму поглинання).

11.3.2.5 Розрахувати відхилення довжини хвилі від встановленого значення за формулою (2):

$$\Delta\lambda_k = \left| \lambda_{ik} - \lambda_{\partial,k} \right|, \quad (2)$$

де $\lambda_{\partial,k}$ – дійсне значення довжини хвилі k -го максимуму поглинання, нм;

λ_{ik} – i -те значення довжини хвилі k -го максимуму поглинання, нм.

прДСТУ ____: 201_

11.3.2.6 Повторити операції за 11.3.2.1 – 11.3.2.5 ще 2 рази для кожної групи максимумів поглинання міри довжин хвиль смуг поглинання або для кожного максимуму поглинання.

11.3.2.7 Результати контролю допустимого відхилення довжини хвилі від значення, встановленого за шкалою довжин хвиль, занести до протоколу перевірки.

11.3.3 Контроль абсолютної похибки спектрофотометра при вимірюванні спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання

11.3.3.1 Встановити довжину хвилі 250 нм (350 нм для спектрофотометрів з більш вузьким спектральним діапазоном).

11.3.3.2 При порожньому вимірювальному каналі встановити значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання 100 %.

11.3.3.3 Встановити міру з максимальним значенням спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання з набору у кюветне відділення.

11.3.3.4 Виконати серію вимірювань спектрального коефіцієнту спрямованого пропускання міри. Кількість вимірювань в серії $n = 5$.

11.3.3.5 Повторити операції за 11.3.3.2 – 11.3.3.4 для кожної міри з набору.

11.3.3.6 Повторити операції за 11.3.3.1 – 11.3.3.5 для довжини хвилі з діапазону від 1000 нм до 1100 нм в залежності від типу спектрофотометра (або з діапазону від 850 нм до 950 нм для спектрофотометрів з більш вузьким спектральним діапазоном).

11.3.3.7 Обчислити абсолютну похибку спектрофотометра при вимірюванні спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання за формулою:

$$\Delta T_{ik\lambda} = T_{ik\lambda} - T_{\partial.k\lambda}, \quad (3)$$

де $T_{\partial.k\lambda}$ – дійсне значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання k -ої міри на довжині хвилі λ , %;

$T_{ik\lambda}$ – i -те вимірне значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання k -ої міри на довжині хвилі λ , %.

11.3.3.8 Результати контролю абсолютної похибки спектрофотометра при вимірюванні спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання занести до протоколу повірки.

11.3.4 Контроль рівня заважаючого випромінювання

11.3.4.1 Встановити мінімальну довжину хвилі.

11.3.4.2 При порожньому вимірному каналі та закритій кришці кюветного відділення встановити значення спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання 100 % для довжин хвиль з діапазону від 190 нм до 340 нм, що зазначені в експлуатаційних документах.

11.3.4.3 Встановити міру для контролю рівня заважаючого випромінювання у вимірному каналі і виконати вимірювання спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання.

11.3.4.4 За величину рівня заважаючого випромінювання прийняти максимальне із значень спектрального коефіцієнта спрямованого пропускання, отриманих у діапазоні від мінімальної довжини хвилі до відсікаючої довжини хвилі світлофільтра.

11.3.4.5 Результати контролю рівня заважаючого випромінювання занести до протоколу повірки.

11.3.4.6 Результат операції вважають позитивним, якщо отримане значення не перевищує допустиме, зазначене в експлуатаційних документах.

12 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

12.1 Результати повірки спектрофотометра вважають позитивними, якщо його метрологічні характеристики відповідають суттєвим вимогам технічного регламенту [5].

прДСТУ ____: 201_

12.2 Позитивні результати повірки засвідчують оформленням свідоцтва про повірку спектрофотометра за формою згідно з додатком 2 до [2].

12.3 У разі якщо за результатами повірки спектрофотометр визнано таким, що не відповідає встановленим вимогам, оформлюють довідку про непридатність спектрофотометра за формою згідно з додатком 4 до [2].

12.4 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця. У висновку зазначаються результати повірки спектрофотометра в обсязі, визначеному в заявці на проведення експертної повірки.

12.5 За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 [2], яку підписує персонал, що проводив повірку, та керівник організації виконавця.

ДОДАТОК А
(ДОВІДКОВИЙ)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ
ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № _____

(найменування, тип ЗВТ)

Заводський номер _____

Виробник _____

Належить _____

Умови повірки температура повітря – _____ °С; відносна вологість повітря – _____ %

Засоби повірки

Найменування засобу повірки	Заводський номер	Термін дії свідоцтва про повірку

РЕЗУЛЬТАТИ ПОВІРКИ

Зовнішній огляд _____
(відповідає, не відповідає ЕД)

Перевірка працездатності та функціонування _____
(відповідає, не відповідає ЕД)

Контроль метрологічних характеристик

1 Контроль нестабільності показів ($\Delta T_{доп.} =$ _____ нм)

$\lambda = 540$ нм

$T_{i\lambda}$										
$\Delta T_{i\lambda}$										

$\lambda = 250$ нм (350 нм)

$T_{i\lambda}$										
$\Delta T_{i\lambda}$										

прДСТУ ____: 201_

4 Контроль рівня заважаючого випромінювання

Спектральний коефіцієнт спрямованого пропускання у спектральному діапазоні від $\lambda_{\text{мін}}$ до 340 нм, %

$T_{\text{доп.}} = \text{_____} \%$.

Висновок

_____ (відповідає, не відповідає ЕД)

ВИСНОВКИ

Спектрофотометр _____

(відповідає, не відповідає ЕД)

ВИКОНАВЕЦЬ

_____ посада

_____ підпис

_____ прізвище, ініціали

ДОДАТОК Б
(довідковий)
БІБЛІОГРАФІЯ

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність».

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408.

3 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658.

4 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

5 Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки.

прДСТУ ____: 201_

Код згідно з ДК 004 17.020

Ключові слова: довжина хвилі, повірка, похибка, спектральний коефіцієнт спрямованого пропускання, рівень заважаючого випромінювання