

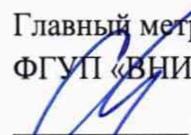
СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»

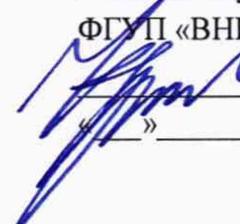



И.С. Филимонов
« 12 » _____ 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Люминометры EnSURE Touch
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 017.Д4-21

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
« _____ » _____ 2021 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков
« _____ » _____ 2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Люминометры EnSURE Touch (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, гостиниц, ресторанов, транспорта и т.д. путем измерения массовой концентрации аденозинтрифосфата (далее – АТФ) в образце.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 196-2015 - Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов. Поверка Люминометров выполняется косвенным методом при определении концентрации АТФ в диапазоне от 0,05 до 1 мг/л с пределом допускаемой относительной погрешности измерений $\pm 30\%$.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| № п/п | Наименование операции | Номер пункта документа по поверке | Проведение операции при | |
|-------|---|-----------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| | | | первичной поверке | периодической поверке |
| 1 | Внешний осмотр средства измерений | 7.1 | да | да |
| 2 | Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 7.2 | да | да |
| 3 | Проверка программного обеспечения средства измерений | 7.3 | да | да |
| 4 | Определение метрологических характеристик средства измерений | 7.4 | | |
| 5 | Проверка диапазона и относительной погрешности измерений концентрации АТФ | 7.4.1 | 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 2.

Таблица 2 – Средства поверки

| Операция поверки | Средство поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки | Рекомендуемые типы средств поверки |
|------------------|---|--|---|
| | Рабочий эталон стандартный образец/мера по ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 г. № 3455 | Раствор АТФ натрия в дистиллированной воде: 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 . | Стандартный образец (далее – СО) состава водного раствора АТФ натрия ГСО 11606-2020 |
| п. 7.4.1 | Средства измерений по ГСП, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 07.02.2018 г. № 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 | Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (далее – дозатор). Рег. № 36152-07. |

| | | | |
|------------------------------|---|---|---|
| | | ± 2,5 до ± 0,6 %. | |
| | | 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 |
| | Тесты АТР Quikswab, производства Xi'an Tianlong Science and Technology Co., Ltd, Китай. ¹⁾ | - | Тесты АТР Quikswab, производства Xi'an Tianlong Science and Technology Co., Ltd, Китай. ¹⁾ |
| | 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 г. № 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 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр средства измерений

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

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

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

7.1.4 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.

7.2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

7.2.1 Включить Люминометр в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2.2 Убедиться, что после включения Люминомера, на дисплее загрузился исходный интерфейс (рисунок 1).



Рисунок 1

7.2.3 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.

7.3 Проверка программного обеспечения средства измерений



7.3.1 Нажать клавишу **настройки** на дисплее Люминометра для доступа в меню настроек и перейти в раздел «О программе» (рисунок 2).

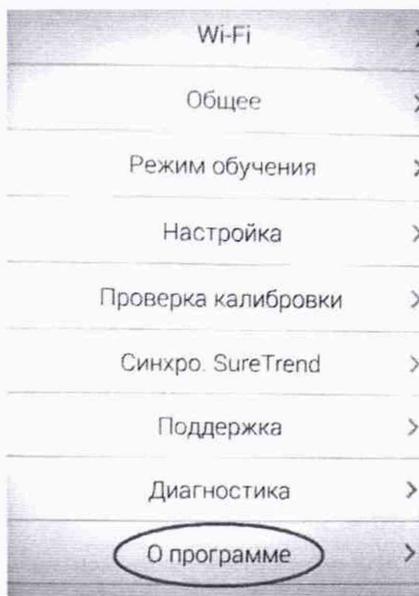


Рисунок 2

7.3.2 В открывшемся разделе (рисунок 3) выбрать вкладку «ПО» и сравнить идентификационные данные (рисунок 4) с данными из таблицы 3.

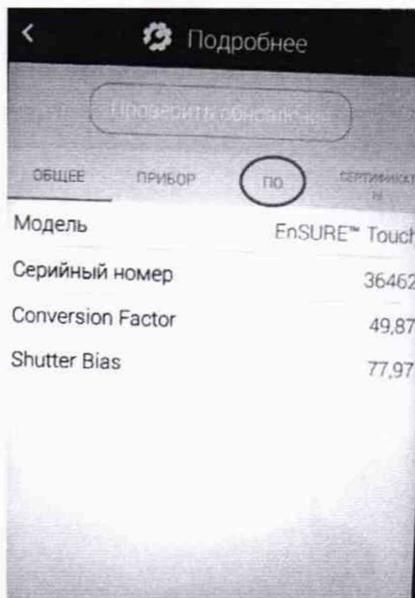


Рисунок 3

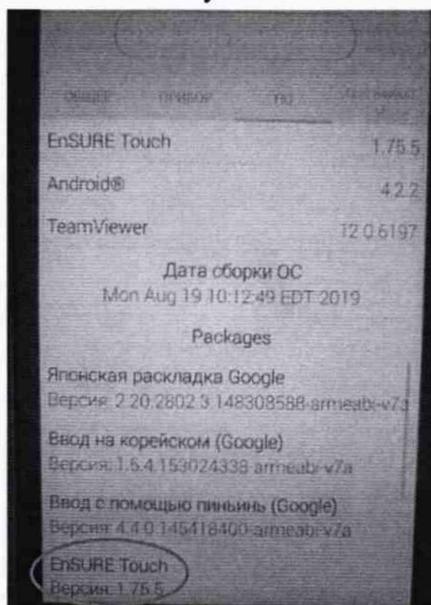


Рисунок 4

Таблица 3 – Идентификационные данные для Люминометров

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|---------------|
| Идентификационное наименование ПО | EnSURE Touch |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже | не ниже 1.0.0 |
| Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода) | – |

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

7.4 Определение метрологических характеристик средства измерений

7.4.1 Проверка диапазона и относительной погрешности измерений концентрации АТФ

7.4.4.1 С помощью дозатора поместить 5 мкл дистиллированной воды на ватную палочку АТФ-теста UltraSnap (далее – тест) (рисунок 5).



Рисунок 5

7.4.4.2 Установить тест в люминометр, как показано на рисунке 6.



Рисунок 6

7.4.4.3 Провести измерения концентрации АТФ в соответствии с главой 1 «АТФ тест» Руководства по эксплуатации Люминометров.

7.4.4.4 Считать измеренные данные в единицах RLU с дисплея Люминометра (рисунок 7).

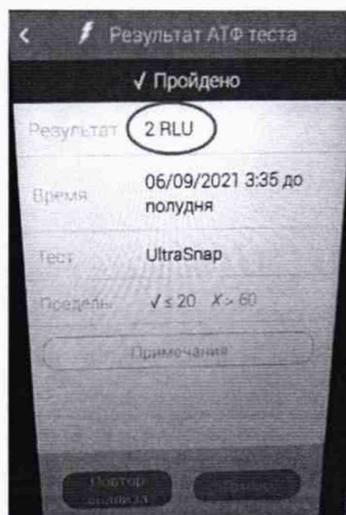


Рисунок 7

7.4.4.5 Повторить п. 7.4.4.1–7.4.4.4 ещё четыре раза.

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

7.4.4.7 Провести обработку полученных данных в соответствии с п. 8.1.

8 Подтверждение соответствия средств измерений метрологическим требованиям

8.1 Обработка результатов измерений концентрации АТФ

8.1.1 По измеренным данным рассчитать среднее арифметическое значение концентрации АТФ дистиллированной воды и приготовленного раствора с концентрацией АТФ натрия 0,05 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 5.

8.1.2 Рассчитать значение измеренной концентрации АТФ 0,05 мг/л $\bar{I}_{\text{бф}}$, усл. ед., без учета фона по формуле (2).

$$\bar{I}_{\text{бф}} = \bar{I} - \bar{I}_{\text{вода}} \quad (2)$$

где $\bar{I}_{\text{вода}}$ – среднее арифметическое измеренное значение концентрации АТФ для дистиллированной воды, усл. ед, рассчитанное по формуле (1).

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

$$K = \frac{I_{\text{АТФ}}}{\bar{I}_{\text{бф}}} \quad (3)$$

где $I_{\text{АТФ}}$ – значение концентрации АТФ натрия приготовленного раствора 0,1 мг/л.

8.1.4 Рассчитать среднее арифметическое измеренное значение концентрации АТФ приготовленных растворов 0,05; 0,5 и 1 мг/л \bar{I} , усл. ед., по формуле (1).

8.1.5 Рассчитать значение измеренной концентрации АТФ 0,05; 0,5 и 1 мг/л $\bar{I}_{\text{бф}}$, усл. ед., без учета фона по формуле (2).

8.1.6 Рассчитать действительное значение измеренной концентрации АТФ 0,05; 0,5 и 1 мг/л $I_{\text{мг/л}}$, мг/л, по формуле (4).

$$I_{\text{мг/л}} = \bar{I}_{6\text{ф}} \cdot K \quad (4)$$

8.1.7 Рассчитать относительное отклонение действительного значения концентрации АТФ 0,05; 0,5 и 1 мг/л $\Delta \bar{I}_{\text{мг/л}}$, %, по формуле (5).

$$\Delta \bar{I}_{\text{мг/л}} = \frac{I_{\text{мг/л}} - I_{\text{АТФ}}}{I_{\text{АТФ}}} \cdot 100 \% \quad (5)$$

где $I_{\text{АТФ}}$ – значение концентрации АТФ натрия приготовленных растворов 0,05; 0,5 и 1 мг/л.

8.1.8 Рассчитать среднее квадратичное отклонение среднего арифметического результата измерений концентрации АТФ для значений 0,05; 0,5 и 1 мг/л $S_{\bar{I}}$, %, по формуле (6).

$$S_{\bar{I}} = \frac{1}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n \cdot (n-1)}} \quad (6)$$

8.1.9 Рассчитать случайную составляющую погрешности измерений концентрации АТФ для значений 0,05; 0,5 и 1 мг/л ε , %, по формуле (7).

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{I}}, \quad (7)$$

где t – коэффициент Стьюдента для 5 измерений и доверительной вероятности 0,95 равный 2,776.

8.1.10 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую погрешности (далее – НСП) измерений концентрации АТФ для значений 0,05; 0,5 и 1 мг/л Θ_{Σ} , %, по формуле (8).

$$\Theta_{\Sigma} = 1,1 \cdot \sqrt{(\delta)^2 + (\Delta I_{\text{мг/л}})^2 + (\Theta_{\text{дозатор}})^2}, \quad (8)$$

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, %.

8.1.11 Рассчитать среднее квадратическое отклонение НСП измерений концентрации АТФ для значений 0,05; 0,5 и 1 мг/л S_{Θ} , %, по формуле (9).

$$S_{\Theta} = \frac{\Theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}}. \quad (9)$$

8.1.12 Рассчитать суммарное среднее квадратическое отклонение оценки измерений концентрации АТФ для значений 0,05; 0,5 и 1 мг/л S_{Σ} , %, по формуле (10).

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\Theta}^2 + S_{\bar{I}}^2}. \quad (10)$$

8.1.13 Вычислить относительную погрешность измерений концентрации АТФ для значений 0,05; 0,5 и 1 мг/л Δ , %, по формуле (11).

$$\Delta = S_{\Sigma} \cdot k, \quad (11)$$

где k – коэффициент, определяющийся по формуле (12).

$$k = \frac{\varepsilon + \Theta_{\Sigma}}{S_I + S_{\Theta}}. \quad (12)$$

8.1.14 За относительную погрешность измерений концентрации АТФ принимают наибольшее из полученных в соответствии п. 8.1.13 значение.

8.1.13 Люминометр считается прошедшим операцию поверки по п. 7.4.4 с положительным результатом, если диапазон измерений концентрации АТФ составляет от 0,05 до 1 мг/л и значение относительной погрешности измерений концентрации АТФ не превышает $\pm 30\%$.

8.2 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.

9 Оформление результатов поверки

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

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

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

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

Начальник отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Начальник сектора отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.Ю. Грязских

Ведущий научный сотрудник отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»

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 EnSURE Touch. Приготовленные растворы имеют значения концентрации АТФ натрия 0,05; 0,1; 0,5 и 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 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) необходимо разбавить дистиллированной водой в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1– Приготовление растворов

| № приготовленного раствора | Объем ГСО 11606-2020, мкл | Диапазон объема используемого дозатора, мкл | Концентрация АТФ натрия полученного раствора, мг/л |
|----------------------------|---------------------------|---|--|
| 1 | 12,5 | 10 - 100 | 0,05 |
| 2 | 25 | 10 - 100 | 0,1 |
| 3 | 125 | 100 - 1000 | 0,5 |
| 4 | 250 | 100 - 1000 | 1,0 |

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)-(А.4).

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

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

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

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_k – абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы, мл (в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k – объем мерной колбы, мл.

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 АТФ натрия, мг/л |
|----------------------------|-------------------------------|---|
| 1 | 0,05 | 2,17 |
| 2 | 0,1 | 4,34 |
| 3 | 0,5 | 21,69 |
| 4 | 1,0 | 43,33 |