

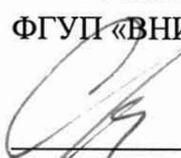


СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»

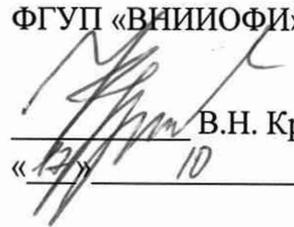

И.С. Филимонов
« 17 » 10 2022 г.

**ГСИ. Люминометры SystemSURE Plus.
Методика поверки
МП 041.Д4-22**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
« 17 » 10 2022 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»


В.Н. Крутиков
« 17 » 10 2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на люминометры SystemSURE Plus (далее – люминометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Люминометры предназначены для измерения интенсивности люминесценции при разложении АТФ на поверхностях оборудования и инвентаря пищевой промышленности, сельскохозяйственного комплекса и предприятий общественного питания.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2015) согласно ГПС «Государственная поверочная схема для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации, а также флуоресценции компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3455 от 30 декабря 2019 г. Поверка люминометров выполняется методом косвенных измерений.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений концентрации АТФ, мг/л	от 0,005 до 1,000
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

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операции 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	Да	Да	10
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 Поверку люминометров осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 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.

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 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 6 Контроль условий поверки	Измерители параметров микроклимата в: -диапазоне измерений температуры от -10 до + 50 °С, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности канала измерений температуры $\pm 0,2$ °С; -диапазоне измерений относительной влажности от 30 до 98 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности канала измерений относительной влажности ± 3 %; -диапазоне измерений абсолютного атмосферного давления от 80 до 110 кПа пределы допускаемой основной абсолютной погрешности канала измерений абсолютного давления $\pm 0,13$ кПа	Измерители параметров микроклимата Метеоскоп рег. № 32014-06
п. 7.4 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы, не ниже уровня рабочего эталона по ГСП, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3455 от 30.12.2019, в диапазоне	Стандартный образец (далее – СО) состава водного раствора АТФ натрия ГСО 11606-2020

	<p>аттестованных значений массовой концентрации АТФ натрия от 0,09 до 0,11 г/дм³, допустимое значение абсолютной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата k=2) 0,015 г/дм³.</p>	
	<p>Средства измерений по ГСП, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 07.02.2018 г. № 256 в диапазоне объемов дозирования от 100 до 1000 мкл, допустимое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 2,0 до ± 0,6 %; в диапазоне объемов дозирования от 1000 до 10000 мкл, допустимое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 3,0 до ± 6,0 %; в диапазоне объемов дозирования от 20 до 200 мкл, допустимое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С от ± 2,5 до ± 0,6 %.</p>	<p>Дозаторы механические одноканальные ВЮНИТ (далее – дозаторы). рег. № 36152-07</p>
Вспомогательное оборудование	Колбы мерные	Колбы мерные с притертой пробкой 2 класса точности по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 см ³
	Вода дистиллированная	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018
	Тесты Ultrasnap, изготовленные компанией «Hygiene International Ltd», Соединенное Королевство Великобритании ¹⁾	Тесты Ultrasnap, изготовленные компанией «Hygiene International Ltd», Соединенное Королевство Великобритании ¹⁾
¹⁾ предоставляется заказчиком.		

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых люминометров с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки должны быть аттестованы (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 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.

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.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида люминометров проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, напечатанных в описании типа на люминометры, 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.

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

- внешний вид люминометра соответствует фотографическим изображениям из описания типа;
- корпус, заводские пломбы, 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 экран самоконтроля (рисунок 1).

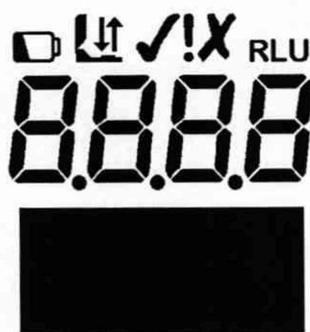


Рисунок 1

8.3 Люминометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если после включения были соблюдены все критерии работоспособности люминометра в соответствии с его руководством по эксплуатации и загрузка экрана самоконтроля прошла успешно.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на люминометр.

9.2 Для проверки программного обеспечения выполнить проверку соответствия версии программного обеспечения указанного на дисплее люминометра значениям, приведенным в таблице 4 настоящей методики поверки.

Таблица 4 – Идентификационные данные для Люминометров

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SureTrend
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.01
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 10 мкл дистиллированной воды на ватную палочку АТФ-теста UltraSnap (далее – тест).

10.1.2 Установить тест в люминометр.

10.1.3 Провести измерения молярной концентрации АТФ в соответствии с п.3.3 Руководства по эксплуатации люминометров.

10.1.4 Считать измеренные данные в единицах RLU с дисплея люминометра (рисунок 2).



RLU

4

TEST# 196 25↑
PROG# 3 10↓
Mixer blade
08:59 5/04/2007

Рисунок 2

10.1.5 Повторить п. 10.1.1–10.1.4 ещё четыре раза.

10.1.6 Повторить п. 10.1.1–10.1.4 с использованием приготовленных растворов аденозинтрифосфата натрия на основе разбавления ГСО 11606-2020 (Приложение А).

10.1.7 Провести обработку полученных данных в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений концентрации АТФ

11.1.1 По измеренным данным рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности люминесценции 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 интенсивности люминесценции, усл. ед.;

n – число измерений равное 5.

11.1.2 Рассчитать значение измеренной интенсивности люминесценции раствора с концентрацией АТФ 0,01 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 интенсивности люминесценции для дистиллированной воды, усл. ед, рассчитанное по формуле (1).

11.1.3 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 в приготовленном растворе 0,01 мг/л.

11.1.4 Рассчитать среднее арифметическое измеренное значение интенсивности люминесценции приготовленных растворов с концентрацией АТФ 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л \bar{I} , усл. ед., по формуле (1).

11.1.5 Рассчитать значение измеренной интенсивности люминесценции растворов с концентрацией АТФ 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л $\bar{I}_{\text{бф}}$, усл. ед., без учета фона по формуле (2).

11.1.6 Рассчитать действительное значение измеренной концентрации АТФ 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л $I_{\text{мг/л}}$, мг/л, по формуле (4).

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

11.1.7 Рассчитать относительное отклонение действительного значения концентрации АТФ 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 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 в приготовленных растворах 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л.

11.1.8 Рассчитать среднее квадратичное отклонение среднего арифметического результата измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л $S_{\bar{I}}$, %, по формуле (6).

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

11.1.9 Рассчитать случайную составляющую погрешности измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 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.

11.1.10 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую погрешности (далее – НСП) измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 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, %.

11.1.11 Рассчитать среднее квадратическое отклонение НСП измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л S_{Θ} , %, по формуле (9).

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

11.1.12 Рассчитать суммарное среднее квадратическое отклонение оценки измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л S_{Σ} , %, по формуле (10).

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

11.1.13 Вычислить относительную погрешность измерений концентрации АТФ для значений 0,005; 0,01; 0,1 и 1,0 мг/л Δ , %, по формуле (11).

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

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

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

11.1.14 За относительную погрешность измерений концентрации АТФ принимают наибольшее из полученных в соответствии п. 11.1.13 значение.

11.1.13 Люминометр считается прошедшим операцию поверки по п. 10.1.4 с положительным результатом, если диапазон измерений концентрации АТФ составляет от 0,005 до 1,0 мг/л и значение относительной погрешности измерений концентрации АТФ 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 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 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.

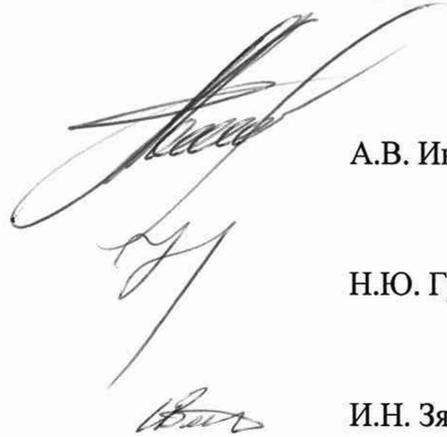
12.3 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

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 инженер отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Н.Ю. Грязских

И.Н. Зябликова

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 SystemSURE Plus. Значение концентрации в растворах находится в диапазонах от 0,005 до 1,0 мг/л.

А.2 Средства измерений, приборы и реактивы

А.2.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 мл;

А.2.2 1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования 1000-10000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального $\pm (0,6 - 3,0) \%$, при температуре $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$;

1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования 2,0-20,0 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального $\pm (0,6-2,5) \%$, при температуре $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$;

1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования 100-1000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального $\pm (0,6-2,0)\%$, при температуре $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

А.2.3 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 $k=2$) 0,015 г/дм³

А.2.4 Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018. Вода дистиллированная. Технические условия.

А.3 Требования безопасности

А.3.1 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.4 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.5 Условия приготовления растворов

А.5.1 Приготовление растворов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, $^\circ\text{C}$ от 15 до 35;
- относительная влажность (не конденсирующаяся), % от 20 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 106.

А.5.2 Растворы следует готовить непосредственно в день измерений.

Растворы хранению не подлежат.

А.6 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. Для чего в колбу вместимостью 25мл при помощи соответствующего дозатора поместить объем раствора ГСО указанный в таблице А.1 и довести до метки дистиллированной водой.

Таблица А.1– Приготовление растворов

№ раствора	Объем раствора ГСО, мкл	Объем раствора №1, мкл	Диапазон объема используемого дозатора, мкл	Концентрация полученного раствора, мг/л
1	250	—	100-1000	1,0
2	—	125	100-1000	0,005
3	—	250	100-1000	0,01
4	—	2500	1000-10000	0,1

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(Рекомендуемое)

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКИ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ

Люминометры SystemSURE Plus

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

Заводской номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые эталоны:

Применяемая методика поверки: МП 041.Д4-22 «ГСИ. Люминометры SystemSURE Plus. 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:

Таблица 1.

Концентрация раствора АТФ, мг/л	Измеренная концентрация АТФ, мг/л				
0,005					
0,01					
0,1					
1,0					

Таблица 2.

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения
Диапазон измерений концентрации АТФ, мг/л	От 0,005 до 1,000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений	±30	

5. Заключение по результатам поверки:

Поверитель:

Подпись

Фамилия И.О.

Дата поверки:

Руководитель

Подпись

Фамилия И.О.

отделения:

Подпись

Фамилия И.О.