

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Н.И. Ханов

05 декабря 2015 г.

Спектрофотометры
моделей
УФ-1100, В-1100, УФ-1200, В-1200,
УФ-1800, УФ-3000, УФ-3100, УФ-3200, УФ-6100

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1968-2015

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры моделей УФ-1100, В-1100, УФ-1200, В-1200 (далее по тексту – модели с ручным сканированием) и моделей УФ-1800, УФ-3000, УФ-3100, УФ-3200, УФ-6100 (далее по тексту – модели с автоматическим сканированием) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики проверки	Обязательность проведения операции при	
			первой проверке	периодической проверке
1.	Внешний осмотр	п.6.1	да	да
2.	Опробование	п. 6.2	да	да
3.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	да	да
4.	Определение метрологических ха- рактеристик:	п. 6.4	да	да
5.	Определение абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания (ΔT)	п. 6.4.1	да	да
6.	Определение абсолютной погрешности установки длин волн ($\Delta \lambda$)	п. 6.4.2	да	да
7.	Определение уровня рассеянного света	п. 6.4.3	да	нет
8.	Определение спектральной ширины щели	п. 6.4.4	да	нет

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.4.1	Комплект светофильтров КС-105 или Комплект светофильтров КНС-10.2	Погрешность определения коэффициентов пропускания не более $\pm 0,25\%$ в спектральном диапазоне от 400 до 800 нм и не более $\pm 0,5\%$ в спектральном диапазоне от 190 до 400 и от 800 до 1100 нм.

Таблица2 (продолжение)

2.	6.4.2	Мера образцовая волновых чисел ТАС-1 или светофильтр НГГ из комплекта светофильтров КНС-10.2	Погрешность определения положения минимумов коэффициентов пропускания не более $\pm 0,25$ нм.
3.	6.4.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
4.	6.4.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
5.	6.4.4	Гексан	ТУ 2631-003-05807999-98 кв. "ХЧ"
6.	6.4.4	Толуол	ГСО 7814-2000 или по ТУ 2631 -065-44493179-01 кв. "ОСЧ"
7.	6.4.4	Колба мерная 2(4)-50-2	ГОСТ 1770-74
8.	6.4.4	Пипетка вместимостью 0,5 см ³	ГОСТ 29227-91
9.	3.1	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76
10.	3.1	Термогиrometer	Диапазон измерений относит. влажности от 0 до 100 %, абсол. погрешность не более $\pm 3\%$. Диапазон измерений температуры от 0 до 30 °C, погрешность не более ± 1 °C.

2.1. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, метрологические характеристики которых не хуже указанных

2.2. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 \pm 5) °C;
диапазон атмосферного давления, кПа	от 84 до 106,7;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² -33) В;
частота питания переменного тока	(50 \pm 1) Гц.

Напряжение должно быть устойчивым и свободным от скачков.

Установка и подготовка спектрофотометров к поверке и выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений;

- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие руководство по эксплуатации поверяемого спектрометра и методику его поверки; при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (в части работы с программой и съема данных).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр. При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность дисплея и органов управления;

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование прибора (самотестирование) осуществляется автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестов на экране прибора или компьютера появляется главное окно программы управления прибором. В противном случае на экран выводится сообщение об ошибке.

В случае успешного прохождения тестов осуществить прогрев прибора в течение 60 минут.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Проверка соответствия встроенного ПО для спектрофотометра модели УФ-1100 и В-1100.

При помощи кнопки «Режим» выберите раздел «Система» и нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее появится информация о версии встроенного ПО.



Рис. 1.

Версия ПО должна быть не ниже 1.0.0.

Для выхода в главное меню нажмите «ВВОД»

6.3.2 Проверка соответствия встроенного ПО для спектрофотометров моделей В-1200, УФ-1200, УФ-1800

6.3.2.1. Нажмите пиктограмму «Система» для перехода в меню выбора настроек. В меню выбора настроек нажмите на слово «Справка». На дисплее появится информация о версии встроенного ПО.

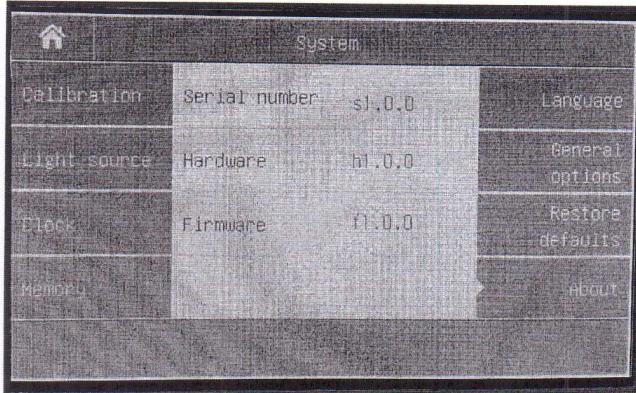


Рис. 2

Версия ПО должна быть не ниже 1.0.0.

Для возврата в основное меню нажмите пиктограмму «Домой»

6.3.3 Проверка соответствия встроенного ПО для спектрофотометров моделей УФ-3000, УФ-3100, УФ-3200, УФ-6100.

6.3.3.1 Нажмите клавишу «7» для перехода в меню выбора параметров и режимов, в нижней части дисплея отобразится версия программного обеспечения (рис. 3). Для возврата в предыдущее меню нажмите любую клавишу. «Отмена»

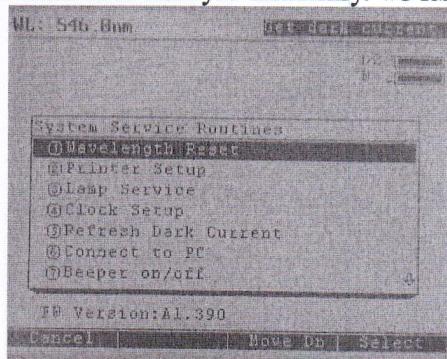


Рис. 3

Версия должна быть не ниже А1.389.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение абсолютной погрешности спектрофотометра (ΔT) при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания.

6.4.1.1. Определение абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания проводится путем измерения коэффициентов пропускания поверочных светофильтров и сравнением результатов измерений с действительными значениями коэффициентов пропускания.

6.4.1.2. В соответствии с указаниями руководства по эксплуатации поверяемого спектрофотометра измерить коэффициенты пропускания первого светофильтра на длинах волн, которые указаны в свидетельстве о поверке для данного комплекта светофильтров. Провести измерение 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- a) Найти разность между измеренными и действительными значениями ¹ коэффициента пропускания по формуле:

¹ Указаны в Свидетельстве о поверке светофильтров.

$$\Delta T_{ij} = T_{ij} - T_{aj}, \quad (1)$$

где: T_{ij} - i-ое измеренное значение коэффициента пропускания на j -ой длине волны;
 T_{aj} - действительное значение коэффициента пропускания образцового светофильтра на j -ой длине волны, указанное в свидетельстве о поверке.

- b) Повторить операции, указанные в пункте 6.4.1.2 и подпункте (a) настоящей Методики поверки для всех остальных светофильтров из используемого комплекта.
- c) За абсолютную погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по подпункте (b) пункта 6.4.1.1:

$$\Delta T = \Delta T_{ij \text{ MAX}} \quad (2)$$

- d) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.1, если значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышают значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Пределы допускаемой абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении коэффициентов направленного пропускания, %:	
-в спектральном диапазоне от 400 до 800, нм	$\pm 0,5$
- в остальном спектральном диапазоне	$\pm 1,0$

6.4.2. Определение абсолютной погрешности установки длин волн ($\Delta\lambda$).

6.4.2.1. Для моделей с автоматическим сканированием установить в кюветное отделение светофильтр НГГ из комплекта светофильтров КНС-10.2 или меру образцовую волновых чисел ТАС-1.

6.4.2.2. Для моделей с ручным сканированием вместо указанных в п.6.4.2.1 средств поверки допускается использовать светофильтр из стекла ПС-7, входящий в комплект КС-105.

6.4.2.3. Провести измерения коэффициента пропускания в окрестностях линий поглощения, минимумы которых (λ_{MIN}) указаны в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров. Измерения проводить с минимальным шагом сканирования, который возможен для данной модели спектрофотометра в диапазоне длин волн $\lambda_{MIN} \pm 5$ нм.

Провести измерения 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- a) Найти разность между измеренными и действительными значениями длин волн максимумов полос поглощения по формуле:

$$\Delta\lambda_j = \lambda_j - \lambda_{ja},$$

где: λ_j - измеренное значение длины волны j -ого максимума полосы поглощения,
 λ_{ja} — действительное значение длины волны j -ого максимума полосы поглощения,
указанное в свидетельстве о поверке светофильтра.

- b) Абсолютная погрешность установки длин волн равна максимальному значению из вычисленных по подпункту (a) пункта 6.4.2 настоящей методики:

$$\Delta\lambda=\Delta\lambda_{j \text{ MAX}} \quad (3)$$

c) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.2, если полученное в подпункте (b) значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 1,0$ нм для моделей с ручным сканированием и $\pm 0,5$ нм для моделей с автоматическим сканированием.

6.4.3. Определение уровня рассеянного света

Уровень рассеянного света определяют по коэффициенту пропускания, измеренному спектрофотометром при полном поглощении излучения в исследуемом спектральном диапазоне.

a) Установить в спектрофотометр кювету, заполненную раствором нитрита натрия в дистиллированной воде с массовой концентрацией 50 г/л.

b) Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 340 нм. Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.3, если измеренные значения коэффициента пропускания не превышают 0,05 % для моделей с автоматическим сканированием 0,3 % для моделей с ручным сканированием.

6.4.4. Определение спектральной ширины щели²

a) Установить в прибор кювету заполненную контрольным раствором толуола в гексане (объемная доля толуола 0,02 %). Построить спектр поглощения³ в области 258 - 276 нм (в единицах оптической плотности).

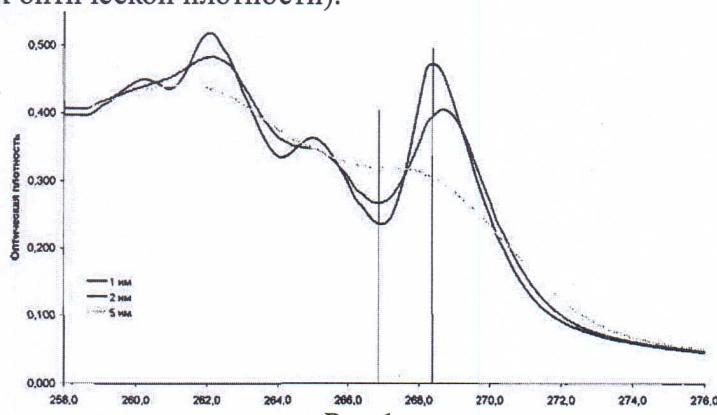


Рис.1.

b) Определить отношение оптических плотностей в точке максимума (близкой к 269 нм) и оптической плотности в точке минимума (близкой к 266 нм).

c) Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.4, если отношение (N), вычисленное в п. (b) пункта 6.4.4 не менее значения, указанного в табл.4.

Таблица 4

Выделяемый спектральный интервал, нм	N
1,8	1,2
2,0	1,15

² Данный пункт выполняется только для моделей с автоматическим сканированием.

³ Ориентировочный вид спектра показан на рис.1.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

- 7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1).
- 7.2. В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке.
- 7.3. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрофотометр модель _____

Зав.№ _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Наименование документа, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

№ свид-ва о поверке светофильтров _____, действительно
до _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °C;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты проверки общего функционирования _____
3. Результаты определения абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания ΔT _____
4. Результаты определения абсолютной погрешности установке длин волн $\Delta \lambda$ _____
5. Результаты определение уровня рассеянного света _____
6. Результаты определения спектральной ширины щели _____

Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Методика приготовления контрольного раствора толуола в гексане

В мерную колбу объемом 50 мл налить приблизительно 20 мл гексана.

С помощью пипетки добавить в 1 мл толуола.

Долить колбу гексаном до метки. Раствор перемешать.

Полученный раствор (№1) будет содержать объемную долю толуола 2 %.

В мерную колбу объемом 50 мл налить приблизительно 20 мл гексана и добавить в него 0,5 мл раствора №1. Долить колбу до метки. Полученный раствор будет содержать 0,02 % толуола.