

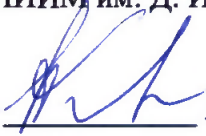
**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



Государственная система обеспечения единства измерений
Спектрофотометры
моделей Evolution 201, Evolution 220 и Evolution 260 Bio

**Методика поверки
МП-242-1178-2011
(с изменением № 1)**

Заместитель руководителя отдела
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"


А.В. Колобова

Инженер 1 кат.
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"


Л.А. Ерофеевская

г. Санкт-Петербург
2018

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры моделей Evolution 201, Evolution 220 и Evolution 260 Bio, выпускаемые фирмой "Thermo Fisher Scientific", США и предназначенные для измерения коэффициента пропускания и оптической плотности различных образцов и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза на территорию РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта ме- тодики по- верки	Обязательность проведения опе- рации при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п. 6.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Подтверждение соответствия ПО	п. 6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик:	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 выделяемого спектрального интервала (разрешающей способности)	п. 6.4.3	да	нет
8.	Определение уровня рассеянного света	п. 6.4.4	да	нет

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. 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 вспомога- тельного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3.	Комплект светофильтров КС-105	(№22054-16 по Госреестру СИ РФ)
2.	6.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
3.	6.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72

4.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90
5.	4.1	Барометр-анероид М-110	(№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
6.	4.1	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	(№10069-01 по Госреестру СИ РФ)

- 2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, метрологические характеристики которых не хуже указанных.
- 2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а химические реактивы должны иметь действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

- 3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте – РЭ) спектрофотометров.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|--|-------------------------------|
| диапазон температуры окружающей среды | $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$; |
| диапазон атмосферного давления | от 84 до 106 кПа; |
| диапазон относительной влажности воздуха | от 45 до 80 %; |
| напряжение питания | $(220^{+22}_{-33})\text{В}$; |
| частота питания переменного тока | $(50 \pm 1) \text{ Гц}$. |
- Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) перед проведением поверки спектрофотометры следует выдержать при температуре поверки в течение не менее двух часов;
- 2) поверяемые спектрофотометры должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности спектрофотометров технической документации, входящей в комплект спектрофотометра;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрофотометров;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрофотометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

Опробование производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения проверки на экране появляется стартовое окно программы управления прибором. В противном случае на экране появляется сообщение об ошибке. Перед проведением измерений прибор необходимо прогреть не менее двух часов.

6.3. Подтверждение соответствия ПО «INSIGHT»

6.3.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- Запустить программу INSIGHT;
- в главном окне программы в строке меню щелкнуть мышью на пункте **Help (Справка)**. В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке **About (О Программе)**, в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном (для русского и английского вариантов) приведена на рисунке 1.

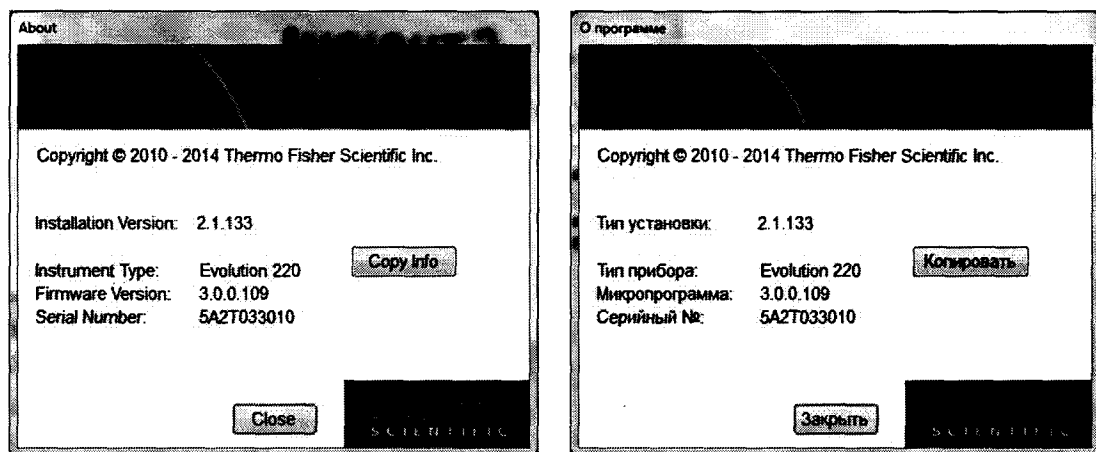


Рисунок 1. Окно с названием и номером версии ПО

При этом цифра, следующая за названием программы INSIGHT, обозначает основную версию. Полный номер версии приводится в строке **Installation Version (Тип установки)**.

6.3.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО соответствует номеру, указанному в разделе «Программное обеспечение» описания типа.

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 поверке¹ для данного комплекта светофильтров. Провести измерение 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- а) Найти разность между измеренными и действительными значениями² коэффициента пропускания:

$$\Delta T_{ij} = T_{ij} - T_{aj}$$

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.

- б) Последовательно повторить операции, указанные в п. 6.3.1.2 настоящей Методики поверки для остальных светофильтров входящих в комплект КС-105 (на длинах волн, указанных в свидетельстве о поверке светофильтров, попадающих в спектральный диапазон спектрофотометров).
- с) За абсолютную погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по п.п. (а) пункта 6.3.1.2:

$$\Delta T = \Delta T_{ij \text{ MAX}}$$

Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышают 1%.

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

6.4.2.1. Установить в кюветное отделение светофильтр ПС-7. Провести измерения коэффициента пропускания в окрестностях линий поглощения, минимумы которых ($\lambda_{\text{мин}}$) указаны в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров. Измерения проводить с минимальным шагом, который позволяет спектрофотометр, в диапазоне длин волн $\lambda_{\text{мин}} \pm 5$ нм.

Провести измерения 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- а) 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.

- б) Абсолютная погрешность установки длин волн равна максимальному значению из вычисленных по п.п. (а) пункта 6.3.2 настоящей методики:

$$\Delta\lambda = \Delta\lambda_{j \text{ MAX}}$$

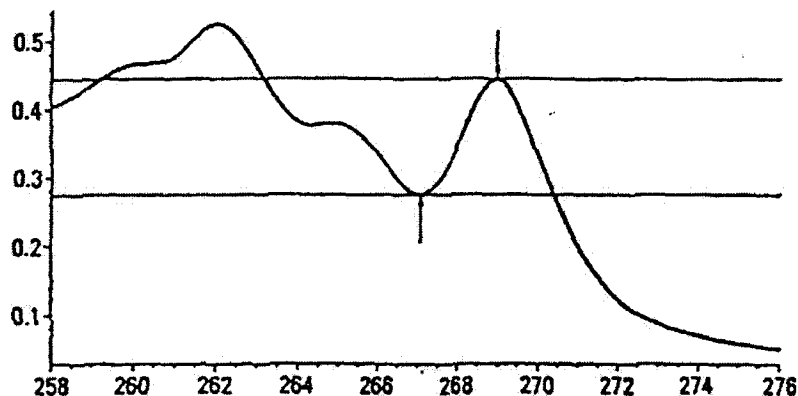
- с) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.2, если полученное в пункте б значение абсолютной погрешности не превышает ± 1 нм.

¹ В пределах спектрального диапазона поверяемого спектрофотометра.

² Указаны в свидетельстве о поверке светофильтров.

6.4.3 Определение выделяемого спектрального интервала (разрешающей способности)

6.4.3.1. Установить в прибор кювету заполненную контрольным раствором толуола в гексане (объемная доля толуола 0,02 %)³. Установить щель, соответствующую выделяемому спектральному интервалу 1 нм. Построить спектр поглощения⁴ в области 258 -276 нм



(в единицах оптической плотности).

Рис. 1 Спектр поглощения раствора толуола в гексане.

6.4.3.2. Определить отношение (N) оптических плотностей в точке максимума (близкой к 269 нм) и оптической плотности в точке минимума (близкой к 267 нм).

6.4.3.3. Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.3, если отношение (N), вычисленное в п.6.3.3.2 не менее 1,6.

6.4.4. Определение уровня рассеянного света

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

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

6.4.4.3. Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 340 нм.

6.4.4.4. Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.4, если измеренное значение коэффициента пропускания не превышает 0,05 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Спектрофотометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Минпромторга России от 02.07.2015 N 1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке".

7.4. Спектрофотометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

³ Методика приготовления контрольного раствора толуола в гексане приведена в Приложении 2.

⁴ Ориентировочный вид спектра показан на рис.1. Ось абсцисс -длины волн (нм), Ось ординат - оптическая плотность (Б).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
(Рекомендуемо)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрофотометр модели _____

Зав.№ _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Документ, по которому проведена поверка

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Средства поверки: _____

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 шкалы установки длин волн $\Delta \lambda$ _____
5. Результаты определения выделяемого спектрального интервала (разрешающей способности) N _____
6. Результаты определения уровня рассеянного света _____

Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)

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.