

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Н.И. Ханов

10 ноября 2014 г.



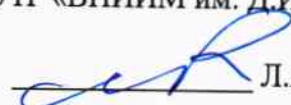
СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ

Cary 8454 UV-Vis


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1821-2014

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

 Л.А. Конопелько

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

 М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2014

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры Cary 8454 UV-Vis 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

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики по- верки	Обязательность проведения опе- рации при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п.6.1.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка общего функциони- рования.	п. 6.2.1	да	да
4.	Подтверждение соответствия ПО	п.6.2.2	да	да
5.	Определение метрологических характеристик:	п. 6.3	да	да
6.	Определение абсолютной по- грешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленно- го пропускания (ΔT).	п. 6.3.1	да	да
7.	Определение абсолютной по- грешности установки длин волн ($\Delta \lambda$).	п. 6.3.2	да	да
8.	Определение уровня рассеян- ного света	п. 6.3.3	да	нет
9.	Определение спектральной ширины щели	п. 6.3.4	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 вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1	6.3.	Комплект светофильтров КС-105	ТУ 4434-138-07502348-2001 (№22054-01 по Госреестру СИ РФ) Погрешность определения коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5\%$
2	6.3	Светофильтр из стекла ПС-7 (входит в состав комплекта КС 105)	Погрешность определения положения минимумов коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5$ нм.
3	6.3	Светофильтр из стекла ТОСП (входит в состав комплекта КС 105)	
4	6.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
5	6.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
6	6.3	Гексан	ТУ 2631-003-05807999-98 кв. "ХЧ"
7	6.3	Толуол	ГСО 7814-2000 или по ТУ 2631-065-44493179-01 кв. "ОСЧ"
8	6.3	Колба мерная 2(4)-50-2	ГОСТ 1770-74
9	6.3	Пипетка вместимостью 0,5 см ³	ГОСТ 29227-91
10	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С
11	4.1	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76
12	4.1	Психрометр аспирационный МБ-4М	ГОСТ 6353-52, диапазон измерения относительной влажности (10 - 100) %

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и 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.

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	от 15 до 25 °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	от 20 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) спектрофотометры следует выдержать при температуре помещения, в котором будет проводиться поверка, 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 спектрофотометров технической документации на него.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрофотометров;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления, настройки и коррекции.

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

6.2. Опробование

6.2.1. Проверка общего функционирования.

Проверка общего функционирования производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения проверки на экране появляется стартовое окно программы управления прибором.

Перед проведением измерений необходимо прогреть прибор в течение не менее 30 минут.

Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.2.1, если после прогрева спектрофотометр функционирует нормально.

6.2.2. Подтверждение соответствия ПО

6.2.2.1 Определение номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About», в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия окна идентификации приведена на рисунке 1.

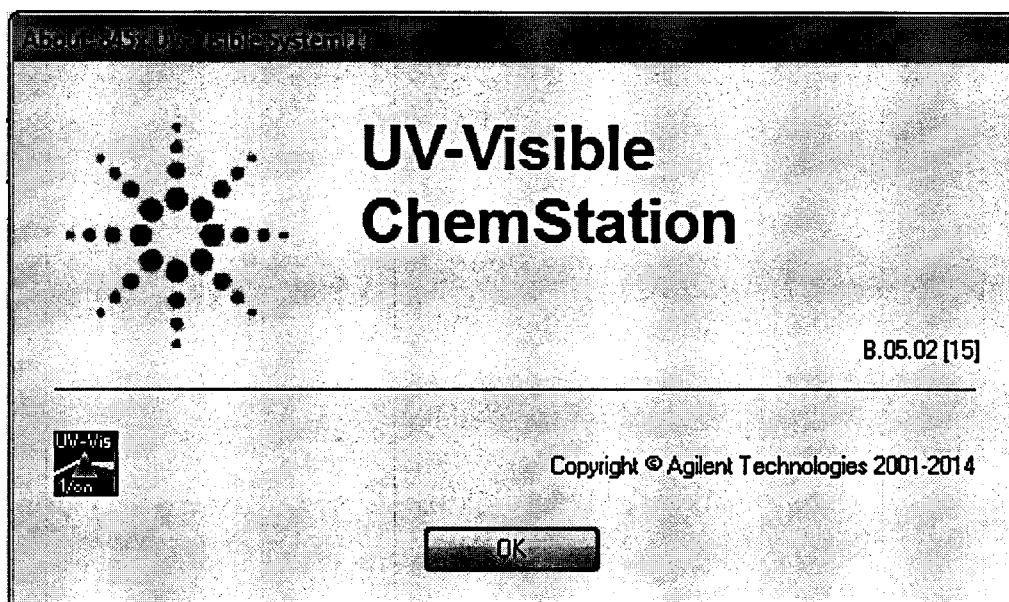


Рис.1 Окно с и идентификационными данными ПО.

6.2.2.2 Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.2.2, если версия ПО не ниже B.05.02

6.3. Определение метрологических характеристик.

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

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

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.

- а) Найти разность между измеренными и действительными значениями¹ 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) Повторить операции, указанные в п.п. (а) пункта 6.3.1 настоящей Методики поверки для всех остальных светофильтров из используемого комплекта.

¹ Указаны в свидетельстве о поверке светофильтров.

- с) За абсолютную погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по п.п. (b) пункта 6.3.1:

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

Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если полученные значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышают $\pm 1\%$ в спектральном диапазоне от 190 до 800 нм и $\pm 2,0 \%$ в спектральном диапазоне от 800 до 1100 нм.

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

6.3.2.1. Установить в кюветное отделение светофильтр ПС-7.

6.3.2.2. Провести измерения коэффициента пропускания в окрестностях линий поглощения, минимумы которых ($\lambda_{\text{мин}}$) указаны в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров. Измерения проводить в диапазоне длин волн $\lambda_{\text{мин}} \pm 10$ нм, используя минимальный шаг, который позволяет спектрофотометр.

Провести измерения 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

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.

6.3.2.3. Повторить операции по п. 6.3.2.2.

6.3.2.4. Абсолютная погрешность установки длин волн равна максимальному значению из вычисленных по пункту 6.3.2.2, 6.3.2.3 настоящей методики:

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

6.3.2.6 Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.2, если полученное в пункте 6.3.2.5 значение абсолютной погрешности не превышает ± 1 нм.

6.3.3. Определение уровня рассеянного света

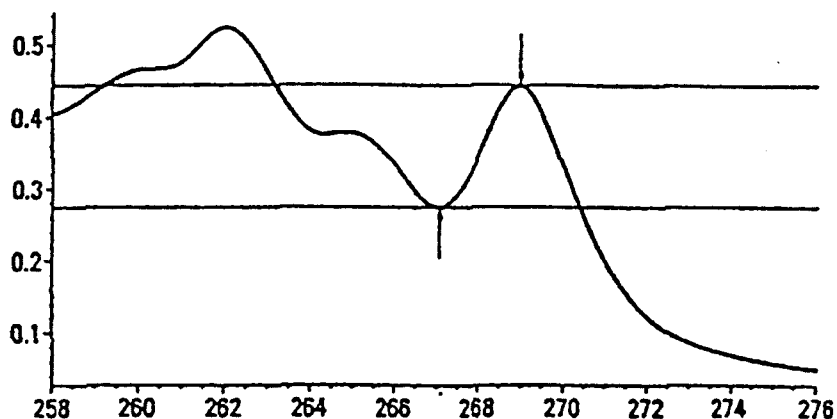
Уровень рассеянного света определяют по коэффициенту пропускания, измеренному спектрофотометром при полном поглощении излучения в исследуемом спектральном диапазоне.

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

6.3.3.2 Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 340 нм. Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если измеренное значение коэффициента пропускания не превышает 0,05%.

6.3.4.1. Установить ширину спектральной щели 1 нм.

6.3.4.2. Установить в прибор кювету заполненную контрольным раствором толуола в гексане (объемная доля толуола 0,02 %)². Построить спектр поглощения³ в области 258 -276 нм



(в единицах оптической плотности).

Рис. 1 Спектр поглощения раствора толуола в гексане.

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

6.3.4.4. Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.4, если отношение (N), вычисленное в п.6.3.4.3 не менее 1,4.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. 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 установленной формы.

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

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

³ Ориентировочный вид спектра показан на рис.1. Ось абсцисс -длины волн (нм), Ось ординат - оптическая плотность (Б).

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

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 _____ °С;
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. Определение 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.