

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



Н.И.Ханов

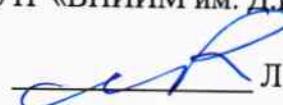
10 ноября 2014 г.

## СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ

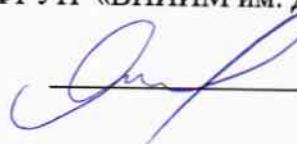
Cary 8454 UV-Vis

**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 ( $\Delta T$ ).	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 ре-  
зультат, 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 <sup>3</sup>	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 °C;
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 проводится поверка, не менее двух часов;
- 2) проверяемые 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 соответствуют 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 функционируют 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.

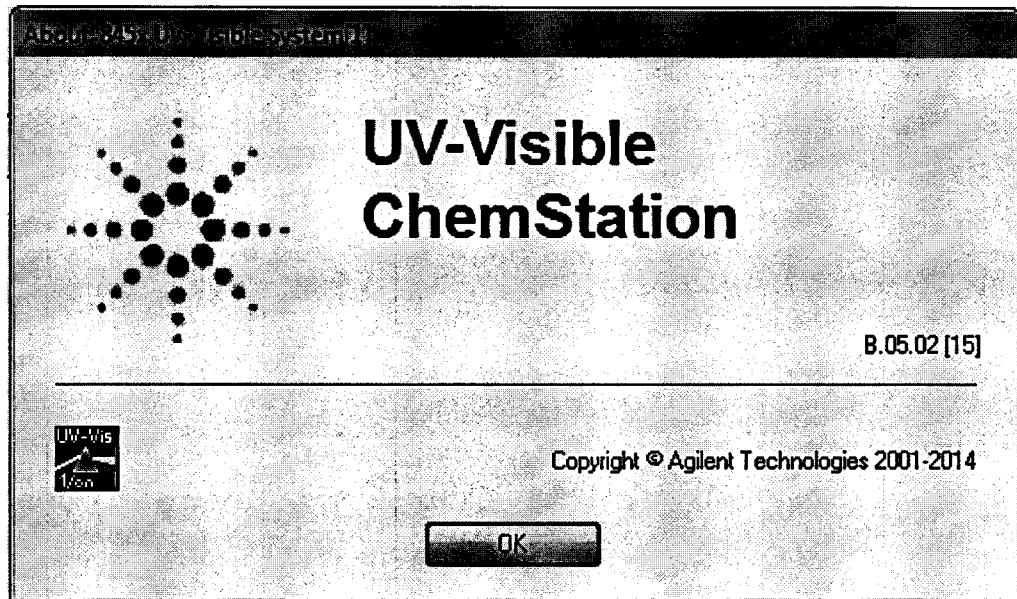


Рис.1 Окно с идентификационными данными ПО.

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

### 6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1. Определение абсолютной погрешности спектрофотометра ( $\Delta T$ ) 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.

a) Найти разность между измеренными и действительными значениями<sup>1</sup> 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.

b) Повторить операции, указанные в п.п. (a) пункта 6.3.1 настоящей Методики поверки для всех остальных светофильтров из используемого комплекта.

<sup>1</sup> Указаны в свидетельстве о поверке светофильтров.

- c) 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 ( $\lambda_{\min}$ ) указаны в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров. Измерения проводить в диапазоне длин волн  $\lambda_{\min} \pm 10$  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  $\lambda_j$  — измеренное значение длины волны  $j$ -ого максимума полосы поглощения,  $\lambda_{ja}$  — 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  $\pm 1$  нм.

### 6.3.3. Определение уровня рассеянного света

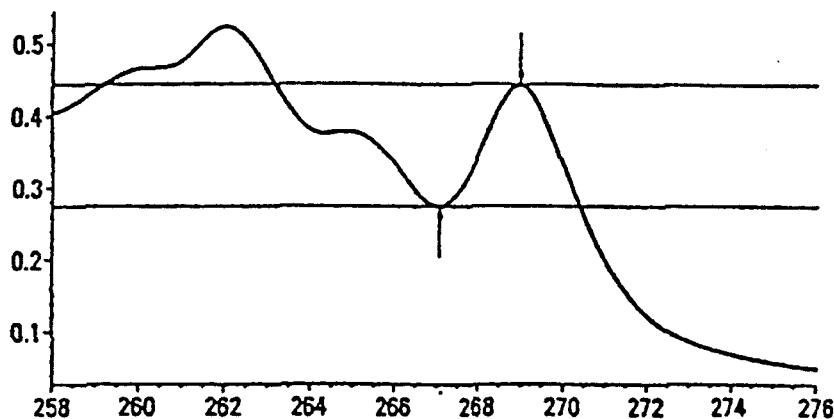
Уровень рассеянного света определяют по коэффициенту пропускания, измеренному спектрофотометром при полном поглощении излучения в исследуемом спектральном диапазоне.

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 поверку 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 %)<sup>2</sup>. Построить спектр поглощения<sup>3</sup> 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.

<sup>2</sup> Методика приготовления контрольного раствора толуола в гексане приведена в Приложении 2.

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

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## 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  $\Delta T$  \_\_\_\_\_
4. Результаты определения абсолютной погрешности установке длин волн  $\Delta \lambda$  \_\_\_\_\_
5. Определение уровня рассеянного света \_\_\_\_\_

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.