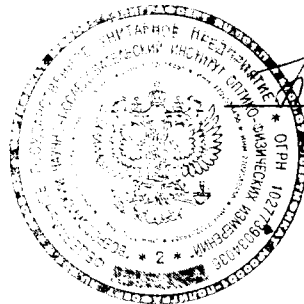


УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ» -
Руководитель ГЦИ СИ
Н.П. Муравская
«27» декабря 2012 г



Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры CINTRA моделей 1010, 2020, 3030 и 4040

**Методика поверки
№ МП 97.Д4-12**

**г. Москва
2012 г**

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры Cintra моделей 1010, 2020, 3030 и 4040 (далее по тексту – спектрофотометры), предназначенные для измерения коэффициента пропускания и оптической плотности твердых и жидких проб различного происхождения.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При ввозе в страну и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение точности установки длины волны	8.4	Да	Да
5	Определение воспроизводимости установки длины волны	8.5	Да	Да
6	Определение диапазона измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)	8.6	Да	Да
7	Определение предела допускаемой абсолютной погрешности измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)	8.7	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики.
8.4.1-8.4.2	Светофильтр ПС-7 из комплекта светофильтров КНС-10.5 Свидетельство о поверке №РЭ-1438/12-0. Действительно до 14.11. 2013 г. Рабочий диапазон длин волн 0,26 – 2,7 мкм. Абсолютная погрешность измерения длины волн: $\pm 0,5$ нм

8.4.3-8.4.4	Комплект светофильтров КС-105 Свидетельство о поверке №0011879. Действительно до 14 декабря 2013 года Рабочий диапазон длин волн 220 - 2500 нм. Диапазон измерений СКНП 1,5 – 98,0 %. Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения СКНП: - для светофильтров из стекла НС8: $\pm 0,25\%$ - для светофильтров из стекла КУВИ: $\pm 0,5\%$
-------------	---

3.2. Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрофотометров с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Эксплуатация спектрофотометров при поверке должна производиться в соответствии с требованиями “Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей” ГОСТ 12.1.019-79.

4.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-81, ГОСТ 12.1.040-83, межотраслевыми правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00. Оборудование, применяемое при испытаниях, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-74. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-76 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5 Требования к квалификации поверителей и требования безопасности

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации на спектрофотометры;
- имеющие навык работы в химической или биохимической лаборатории;
- имеющие опыт работы со спектральными приборами;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00.

6 Условия поверки

6.1 При проведении испытаний следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 24 ± 2 ;
- относительная влажность, % 35-80;
- атмосферное давление, кПа 97;
- напряжение сети переменного тока, В $(100 - 240) \pm 10 \%$;
с частотой, Гц 50/60

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим. В помещении не должно быть кислотных, щелочных и других газов, способных вызвать значительную коррозию металлов, а также газообразных органических растворителей (особенно бензина и разбавителя), способных вызвать коррозию краски. В помещении не должно быть сквозняков.

6.3 Прибор не должен подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не ставьте его около окна. В помещении должны отсутствовать механические вибрации. Частота возмущающих вибраций, действующих на спектрофотометры, не должна быть более

30 Гц, амплитуда скорости колебаний не должна превышать 0,06 мм/с. Если показатели вибрации в помещении превышают указанные значения, спектрофотометры должны быть установлены на виброизолирующем фундаменте.

6.4 В помещении не допускаются посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

6.5 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п., чтобы крышка прибора не нагревалась (до 70 °С или больше). Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более $(1,5 \div 2)^\circ\text{C}$.

7 Подготовка к поверке

7.1 Расположить спектрофотометры вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры. Для установки прибора необходима горизонтальная поверхность, способная выдерживать нагрузку 50 кг или более.

7.2 Изучить Руководство по эксплуатации на спектрофотометры.

7.3 Подключить спектрофотометры к электрической сети питания 220В, убедиться, что в кюветном отделении спектрофотометров отсутствуют кюветы и образцы, убедиться, что программное обеспечение CINTRAL загрузилось полностью и инициализация спектрофотометров прошла успешно и полностью.

7.4 Выдержать спектрофотометры и вспомогательное оборудование в условиях, указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки не менее 1 часа.

8 Проведение поверки.

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре спектрофотометров проверяют отсутствие видимых механических повреждений; наличие заземления; наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения; чистоту гнезд, разъемов и клемм; состояние и четкость маркировок; состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Спектрофотометры считаются прошедшими поверку, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование производится путем включения спектрофотометров в соответствии с Руководством по эксплуатации. Перед началом испытаний необходимо выдержать спектрофотометры включенными в течение 1 часа, чтобы позволить лампам нагреться и войти в установившийся режим работы. Откройте крышку кюветного отделения. Проверьте, что ход луча свободен, отсутствуют объекты (например, провода), попадающие в луч; нет образцов в кюветном отделении; принадлежности установлены должным образом.

8.2.2 Перед запуском пакета Cintral™ подождите, пока вся инициализация не будет закончена после включения ПК. Проверьте, что ПК правильно подключён. Запустите программу Cintral Ver. 2.4.

8.2.3. Спектрофотометры признаются прошедшим поверку, если они соответствуют требованиям Руководства по эксплуатации.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: наименование программного обеспечения, идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни А, В или С).

8.3.3 Проводят оценку влияния программного обеспечения на метрологические характеристики спектрофотометров.

8.3.4 Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С» согласно МИ 3286-2010, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Cintral™	CINTRAL	Ver. 2.4	98afc8283afd60710e5c52df79980f75	MD5

8.4. Определение точности установки длины волны

8.4.1 Перед выполнением процедуры определения точности установки длины волны с помощью эталонного поверочного комплекта светофильтров КНС-10.5 необходимо выполнить следующие подготовительные операции:

8.4.1.1 Процедура проверки точности установки длины волны выполняется с помощью программного обеспечения. Убедитесь, что в кюветном отделении ничего нет и плотно закройте крышку отделения. Включите спектрофотометр, включите компьютер, на который установлено программное обеспечение Cintral Ver. 2.4., выполните инициализацию спектрофотометра и вызовите окно измерений. Выдержите прибор перед измерениями 15-20 минут для прогрева лампы.

8.4.1.2 В Меню Спектрофотометра выберите вкладку «Сканирование по длине волны» [Wavelength scan] на странице Общих свойств [General tab] и установите следующие показания характеристик:

Режим измерений [Mode] – Absorbance;
Начальная длина волны [Lower] – 200 нм;
Конечная длина волны [Upper] – 900 нм;
Скорость сканирования [Speed] – 100 нм/мин;
Шаг [Step size] – 0,040 нм;
Щель [Slit width] – 2,0 нм.

8.4.1.3 Произведите коррекцию базисной прямой спектрофотометра путем выбора вкладки – Baseline.

8.4.2 После подготовительных операций по пункту 8.4.1 определение точности установки длины волны проводится путем трехкратного сканирования спектра поглощения светофильтра из стекла ПС-7, входящего в комплект светофильтров КНС-10.5 в режиме автоматического поиска пиков. Регистрация пиков производится путем выбора окна измерений – Peaks&Valleys, установки характеристики Search Tolerance – 0÷1 и выбора вкладки Find Peaks.

8.4.3 Для каждого пика производится расчет среднего арифметического длины волны положения максимума полос поглощения по формуле 1:

$$\lambda_{cp}(nm) = \frac{\sum_{i=1}^5 \lambda_i}{3} \quad (1)$$

где λ_i – текущее значение длины волны максимума полосы поглощения, нм

8.4.4 Рассчитать среднее квадратичное отклонение результатов измерений ($S(\lambda)$) для каждой линии поглощения по формуле (2):

$$S(\bar{\lambda}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\lambda - \bar{\lambda})^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

8.4.5 Определить доверительные границы неисключенной систематической погрешности (НСП) установки длины волны.

Границы неисключенной систематической погрешности ($\theta_{\Sigma\lambda}$) результата измерений вычисляется путем суммирования неисключенных систематических погрешностей средств измерений, метода и погрешностей, вызванных другими источниками ($\theta_{\lambda i}$). Эти границы вычисляются по формуле (3):

$$\theta_{\Sigma\lambda} = k \sqrt{\sum_{i=1}^m \theta_{\lambda i}^2} \quad (3)$$

где m - количество учитываемых НСП;

k - коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью. При доверительной вероятности $P=0,95$ k принимают равным 1,1.

Первая неисключенная составляющая погрешности измерения длины волны линии поглощения $\theta_{\lambda 1}$ определяется по формуле (4):

$$\theta_{\lambda 1} = |\lambda_{\text{эт}} - \bar{\lambda}| \quad (4)$$

где $\lambda_{\text{эт}}$ - аттестованные длины волн максимума полосы поглощения светофильтра из стекла ПС7, нм: 350,7 – 431,0 – 473,3 – 529,2 – 585,2 – 684,6 – 740,3 – 807,7 – 879,8.

Вторая неисключенная составляющая погрешности измерений длины волны линии поглощения $\theta_{\lambda 2}$ зависит от погрешности аттестованного значения для светофильтра ПС-7 и её значение составляет 0,5 нм.

8.4.6 Определить границы абсолютной погрешности установки длины волны $\Delta(\lambda)$.

В соответствии с ГОСТ 8.207-76 в случае $\frac{\theta_{\Sigma\lambda}}{S(\bar{\lambda})} < \frac{1}{8}$, то неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными пренебрегают и принимают, что граница погрешности результата $\Delta(\lambda) = S(\bar{\lambda})$.

Если $\frac{\theta_{\Sigma\lambda}}{S(\bar{\lambda})} > 8$, то случайной погрешностью по сравнению с систематической пренебрегают и принимают, что граница погрешности результата $\Delta(\lambda) = \theta_{\Sigma\lambda}$.

В случае если эти неравенства не выполняются, границу погрешности результата определяют по формуле (5):

$$\Delta(\lambda) = K S_{\Sigma\lambda} \quad (5)$$

где $S_{\Sigma\lambda}$ – оценка суммарного среднего квадратического отклонения результата измерений, рассчитанный по формуле (6):

$$S_{\Sigma\lambda} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{\theta_{\lambda i}^2}{3} + S^2(\bar{\lambda})} \quad (6)$$

K – коэффициент, рассчитанный по формуле (7):

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma\lambda}}{S^2(\bar{\lambda}) + \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{\theta_{\lambda i}^2}{3}}} \quad (7)$$

где ε – доверительные границы случайной погрешности, рассчитанные по формуле (8):

$$\varepsilon = t \cdot S(\bar{\lambda}) \quad (8)$$

t – коэффициент Стьюдента, величина которого зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n (ГОСТ 8.207-76, приложение 2).

8.4.7 За результат измерений точности установки длины волны принимают рассчитанные доверительные границы абсолютной погрешности установки длины волны, из которых принимается наибольшее значение во всем спектральном диапазоне.

8.4.8 Спектрофотометры считаются прошедшими поверку, если точность установки длины волны не превышает $\pm 1,0$ нм.

8.5 Определение воспроизводимости установки длины волны

8.5.1 Воспроизводимость установки длины волны определяется по значениям среднего квадратичного отклонения для каждой линии поглощения ПС-7, вычисленного по формуле (2).

8.5.2 За результат измерений воспроизводимости установки длины волны принимается максимальное значение во всем спектральном диапазоне.

8.5.3 Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если воспроизводимость установки длины волны не превышает $\pm 0,5$ нм.

8.6 Определение диапазона измерения СКНП

8.6.1 Определение диапазона измерения СКНП совмещается с определением доверительных границ абсолютной погрешности измерения СКНП.

8.6.2 Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если диапазон измерений СКНП составляет от 0 до 100%.

8.7 Определение предела допускаемой абсолютной погрешности измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)

8.7.1 Установить основной режим измерения на заданных длинах волн – Fixed wavelength reading. Выполнить команду автоматического обнуления.

8.7.2 Установить следующие параметры: длина волны от 220 до 1100 нм для светофильтров из стекла КУВИ; от 400 до 750 для светофильтров из стекла НС8; время усреднения 0,025с; ширина щели 2нм; режим измерения – пропускание (%Transmittance). И выдерживать прибор перед измерениями 5-10 минут для прогрева лампы.

8.7.3 Произвести 10-ти кратное измерение СКНП:

- для светофильтров из стекла КУВИ, из комплекта светофильтров КС-105 на длинах волн от 220, 300, 400, 550, 750, 1100 нм;

- для светофильтров из стекла НС8, из комплекта светофильтров КС-105 на длинах волн 400, 550, 750 нм.

8.7.4 Рассчитать среднее арифметическое значение ($\bar{\tau}_{\lambda}$) для каждой длины волны по формуле 9:

$$\bar{\tau}_{\lambda} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tau_{\lambda i} \quad (9)$$

где $\tau_{\lambda i}$ - текущее значение коэффициента пропускания, %.

8.7.5 Рассчитать среднее квадратичное отклонение результатов измерений (S) во всем спектральном диапазоне измерений по формуле 10:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\tau_{\lambda_i} - \bar{\tau}_{\lambda})^2}{n(n-1)}} \quad (10)$$

8.7.6 Определить доверительные границы неисключенной систематической погрешности результата измерений СКНП.

Границы неисключенной систематической погрешности ($\theta_{\Sigma\tau(\lambda)}$) результата измерений СКНП вычисляется путем суммирования неисключенных систематических погрешностей средств измерений, метода и погрешностей, вызванных другими источниками ($\theta_{i(\tau)}$). Эти границы вычисляются по формуле (11):

$$\theta_{\Sigma\tau(\lambda)} = k \sqrt{\sum_{i=1}^m \theta_{i(\tau_{\lambda})}^2} \quad (11)$$

где k – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью. Коэффициент k принимается равным 1,1 при доверительной вероятности $P=0,95$;

m – число суммируемых погрешностей;

$\theta_{i(\tau)}$ – граница i -й неисключенной систематической погрешности результатов измерений τ_{λ} .

Первая неисключенная составляющая погрешности измерений СКНП $\theta_{1(\tau)}$ определяется по формуле (12):

$$\theta_{1(\tau_{\lambda})} = |\tau_{\lambda \text{ эт}} - \bar{\tau}_{\lambda}| \quad (12)$$

где $\tau_{\lambda \text{ эт}}$ – значения спектрального коэффициента направленного пропускания для светофильтра, приведенные в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров для данной длины волны.

Вторая неисключенная составляющая погрешности измерений СКНП $\theta_{2(\tau)}$ определяется значением абсолютной погрешности измерения СКНП для светофильтров. Значение НСП $\theta_{2(\tau)}$ приведено в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров и составляет: $\pm 0,25\%$ для светофильтров из стекла НС8; и $\pm 0,5\%$ для светофильтров из стекла КУВИ.

Третья неисключенная составляющая погрешности измерений СКНП $\theta_{3(\tau)}$ зависит от погрешности установки длины волны и определяется по формуле (13):

$$\theta_{3(\tau_{\lambda})} = \frac{\partial \tau}{\partial \lambda} \cdot \Delta(\lambda) \quad (13)$$

где $\Delta(\lambda)$ – значение границ абсолютной погрешности установки длины волны, найденное в п. 8.4.5;

$$\frac{\partial \tau}{\partial \lambda} = 0,002 \text{ (1/нм)}.$$

8.7.7 Определить границы абсолютной погрешности результата измерений СКНП

$$\frac{\theta_{\Sigma\tau(\lambda)}}{S(\bar{\tau}_{\lambda})} < \frac{1}{8}$$

В соответствии с ГОСТ 8.207-76 в случае $\frac{\theta_{\Sigma\tau(\lambda)}}{S(\bar{\tau}_{\lambda})} < \frac{1}{8}$, то неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными пренебрегают и принимают, что граница погрешности результата $\Delta_{\tau(\lambda)} = S(\bar{\tau}_{\lambda})$.

Если $\frac{\theta_{\Sigma\tau(\lambda)}}{S(\bar{\tau}_\lambda)} > 8$, то случайной погрешностью по сравнению с систематической пренебрегают и принимают, что граница погрешности результата $\Delta_{\tau(\lambda)} = \theta_{\Sigma\tau(\lambda)}$.

В случае если эти неравенства не выполняются, границу погрешности результата определяют по формуле (14):

$$\Delta_{\tau(\lambda)} = K S_{\Sigma\tau(\lambda)} \quad (14)$$

где $S_{\Sigma\tau(\lambda)}$ - оценка суммарного среднего квадратического отклонения результата измерений, рассчитанный по формуле (15):

$$S_{\Sigma\tau(\lambda)} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{\theta_{i\tau(\lambda)}^2}{3} + S^2(\bar{\tau}_\lambda)} \quad (15)$$

K - коэффициент, рассчитанный по формуле (16):

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma\tau(\lambda)}}{S^2(\bar{\tau}_\lambda) + \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{\theta_{i\tau(\lambda)}^2}{3}}} \quad (16)$$

где ε - доверительные границы случайной погрешности, рассчитанные по формуле (17):

$$\varepsilon = t \cdot S(\bar{\tau}_\lambda) \quad (17)$$

t - коэффициент Стьюдента, величина которого зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n (ГОСТ 8.207-76, приложение 2).

8.7.8 За результат измерений доверительных границ абсолютной погрешности СКНП принимается максимальное значение во всем спектральном диапазоне для всех используемых светофильтров.

8.7.9 Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если предел допускаемой абсолютной погрешности измерения СКНП не превышает $\pm 1,0\%$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдаются свидетельства о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4÷8.7 фактических значений метрологических характеристик спектрофотометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно ПР 50.2.006-94 «ГСИ. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения», и спектрофотометр допускают к эксплуатации.

9.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями ПР 50.2.006-94.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

Д.Н. Зябликов

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

Т.Н. Ссыпных

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки
«Спектрофотометры CINTRA моделей
1010, 2020, 3030 и 4040»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201__ года

Средство измерений: Спектрофотометры CINTRA моделей 1010, 2020, 3030 и 4040
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков,

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав. № _____ №/№ _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки № МП 97.Д4-12 утвержденной ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИОФИ» «27» декабря 2012
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: _____
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- | | |
|---------------------------------------|---------------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | 24±2; |
| - относительная влажность, % | 35-85; |
| - атмосферное давление, кПа | 97; |
| - напряжение сети переменного тока, В | (100 - 240) ± 10 %; |
| с частотой, Гц | 50/60 |

Получены результаты поверки метрологических характеристик

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Точность установки длины волны		
Воспроизводимость установки длины волны		
Диапазон измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)		
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)		

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
_____ подписи, ФИО, должность