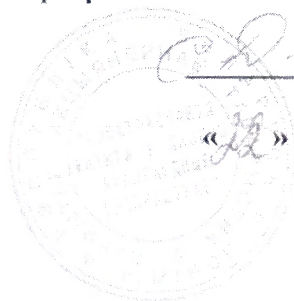
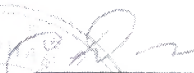


СОГЛАСОВАНО

Директор ЗАО «Спектроскопия,
оптика и лазеры – авангардные
разработки»



 С.С. Дворников

«12» марта 2006 г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор РУП «Белорусский
государственный институт
метрологии»



 Н.А. Жагора

«17» апреля 2006 г.



Система обеспечения единства измерений
Республики Беларусь

Спектрофлуориметр СМ 2203

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МРБ МП.1555-2006

Разработчик ЗАО «Спектроскопия, оптика и
лазеры – авангардные разработки»
Ведущий инженер по метрологии

 Г.И. Белоус

«24» февраля 2006 г.

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ
МИНСК

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофлуориметр СМ 2203 ТУ ВУ 100424659.013-2006 (в дальнейшем – спектрофлуориметр) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Спектрофлуориметр предназначен:

– в режиме работы спектрофлуориметра (в дальнейшем – в режиме спектрофлуориметра) для измерений и регистрации спектров испускания и возбуждения флуоресценции веществ, а также для определения концентрации веществ флуориметрическими методами в жидких и твердых образцах в области спектра 220 – 820 нм;

– в режиме работы спектрофотометра (в дальнейшем – в режиме спектрофотометра) для измерений и регистрации спектров пропускания и поглощения веществ, а также для измерения оптической плотности, коэффициента пропускания и определения концентрации веществ фотометрическими методами в жидких и твердых прозрачных образцах в области спектра 220 – 1000 нм.

Первичная поверка спектрофлуориметра производится при выпуске из производства и после ремонта, периодическая поверка спектрофлуориметра – при эксплуатации и хранении один раз в год органами государственной метрологической службы или в аккредитованных поверочных лабораториях.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства поверки, указанные в **таблице 1**.

Таблица 1

Наименование операции	Пункт методики поверки	Наименование и тип образцового или вспомогательного средства измерений, метрологические и основные технические характеристики или обозначение нормативного документа, регламентирующего их	Обязательность проведения операции при поверке	
			первичной	периодической
1	2	3	4	5
1 Внешний осмотр	5.1	Визуально	Да	Да
2 Опробование	5.2	–	–	–
2.1 Проверка электрического сопротивления изоляции цепи сетевого питания	5.2.1	Мегаомметр типа М 1101М-500 В ТУ 25-04-798-78. Диапазон измерений от 0 до 500 МОм, класс точности 1,0	Да	Нет
2.2 Проверка работоспособности	5.2.2	Визуально	Да	Да
2.3 Проверка диапазона установки температуры термостатируемого держателя кювет	5.2.3	Термометр лабораторный ТЛ-18 ГОСТ 28498-90 Диапазон измерений от 8 до 38 °С, цена деления шкалы 0,1 °С, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,1$ °С. Термометр электронный карманный Checktemp 1 Диапазон измерений от -50 до +150 °С, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,3$ °С.	Да	Нет

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5
2.4 Проверка отклонения температуры термостатируемого держателя кювет от установленного значения	5.2.4	То же	Да	Да
2.5 Проверка дрейфа сигнала в режиме спектрофлуориметра	5.2.5	–	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	5.3	–	–	–
3.1 Проверка спектрального диапазона измерений	5.3.1	–	Да	Да
3.2 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматоров возбуждения и регистрации	5.3.2	Светофильтр С 7 (ПС7) из комплекта аттестованных светофильтров КСС-04 для поверки спектрофлуориметра СМ 2203. (ГР СИ № 38270-08). Дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС-12 ОД 0.337.185 ТУ	Да	Да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра	5.3.3	Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фенола ГСО РФ № 7346-96. Колбы мерные 2-100-2 ГОСТ 1770-74. Пипетки градуированные 1-1-2-5 ГОСТ 29227. Стакан химический ГОСТ 25336-82. Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.	Да	Да
3.4 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра	5.3.4	То же	Да	Да

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5
3.5 Проверка диапазонов измерений коэффициента пропускания и оптической плотности в режиме спектрофотометра	5.3.5	Комплект светофильтров КНС 10.2 (ГР СИ № 64279-16). Рабочий диапазон длин волн 260 – 900 нм, диапазон значений спектрального коэффициента направленного пропускания: 2 – 92 %	Да	Да
3.6 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра	5.3.6	То же	Да	Да
3.7 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра	5.3.7	Светофильтр ЖС 4 толщиной 1,5 мм из комплекта аттестованных светофильтров КСС-04 для поверки спектрофлуориметра СМ 2203. (ГР СИ № 38270-08). Рабочие длины волн 250, 340 нм, диапазон значений спектрального коэффициента направленного пропускания: 0,01 – 0,93 %; диапазон значений оптической плотности: 0,03 – 2,00 Б	Да	Да

Примечания:

1 Допускается применять другие средства измерений, обеспечивающие требуемые нормативно-технические характеристики и аттестованные в установленном порядке.

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

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.019-80, а также выполнены требования раздела 2 руководства по эксплуатации СИДТ 2.851.054 РЭ.

2.2 По степени воздействия на организм человека раствор фенола в воде (поверочные растворы) относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

2.3 Содержание фенола в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимой концентрации $0,3 \text{ мг/м}^3$ в соответствии с ГОСТ 12.1.005-76. Агрегатное состояние фенола в воздухе рабочей зоны – пары.

2.4 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах предосторожности при работе с раствором фенола в воде.

3 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность от 45 до 80 % при температуре воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- напряжение питающей сети $(220 \pm 22) \text{ В}$;
- скорость изменения температуры окружающего воздуха не должна превышать $3 ^\circ\text{C/ч}$.

3.2 Средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие поверительные клейма или свидетельства об аттестации.

4 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1 Прежде чем приступить к работе со спектрофлуориметром, необходимо изучить руководство по эксплуатации СИДТ 2.851.054 РЭ, руководство пользователя СИДТ 2.851.054 РП и методику приготовления поверочных растворов для аттестации и поверки спектрофлуориметра СМ 2203 и расчета погрешности их приготовления МПр.МН 17-2006.

4.2 Перед проведением поверки необходимо подготовить спектрофлуориметр к работе в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации СИДТ 2.851.054 РЭ.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

5.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие комплектности представленного в поверку спектрофлуориметра прилагаемой документации;
- отсутствие механических повреждений спектрофлуориметра, влияющих на работоспособность и нормированные метрологические характеристики;
- наличие четких обозначений условного наименования спектрофлуориметра, товарного знака предприятия-изготовителя, номера прибора по системе нумерации предприятия-изготовителя и года выпуска;
- наличие всех органов управления и регулировки;
- отсутствие внутри спектрофлуориметра посторонних элементов.

5.2 Опробование

5.2.1 Проверка электрического сопротивления изоляции цепи сетевого питания

5.2.1.1 Проверку электрического сопротивления изоляции цепи сетевого питания проводят мегаомметром М 1101М-500 В в соответствии с эксплуатационной документацией на него по методике раздела 5.11 ГОСТ 12997-84.

5.2.1.2 Закоротить штыри вилки сетевого шнура спектрофлуориметра гибкой проволокой или шиной. Сетевой выключатель спектрофлуориметра установить во включенное положение.

5.2.1.3 Подать испытательное напряжение 500 В от мегаомметра между закороченными штырями вилки сетевого шнура спектрофлуориметра и его любой доступной для прикосновения металлической частью.

5.2.1.4 Через 1 мин после приложения испытательного напряжения произвести отсчет по шкале мегаомметра.

5.2.1.5 Проверку считают удовлетворительной, если измеренное значение сопротивления изоляции не менее 20 МОм.

5.2.2 Проверка работоспособности

5.2.2.1 Подключить спектрофлуориметр и персональный компьютер к сети переменного тока номинальным напряжением (220 ± 22) В и частотой $(50 \pm 0,5)$ Гц.

5.2.2.2 Соединить интерфейсным кабелем RS 9-9 СОЛ 6.644.007 разъем с маркировкой «RS 232» на задней панели спектрофлуориметра с разъемом «COM 1» («COM 2») персонального компьютера (ПК).

5.2.2.3 Включить сетевой выключатель спектрофлуориметра, при этом должна загореться световая индикация на нижнем кожухе прибора.

5.2.2.4 Включить персональный компьютер и запустить на нем специализированное программное обеспечение по управлению спектрофлуориметром СМ 2203. При этом в строке состояния Главного окна программы должно появиться сообщение об установлении связи со спектрофлуориметром.

5.2.2.5 Нажать кнопку «Калибровка» на панели инструментов Главного окна программы, при этом должна произойти внутренняя калибровка исполнительных механизмов спектрофлуориметра. Прибор готов к работе.

5.2.3 Проверка диапазона установки температуры термостатируемого держателя кювет

5.2.3.1 Проверку диапазона установки температуры термостатируемого держателя кювет проводят при проверке отклонения температуры термостатируемого держателя кювет от установленного значения по методике п.5.2.4.

Диапазон установки температуры термостатируемого держателя кювет в рабочих условиях эксплуатации должен быть от 20 до 50 °С.

5.2.4 Проверка отклонения температуры термостатируемого держателя кювет от установленного значения

5.2.4.1 Проверка проводится с использованием лабораторных термометров типа ТЛ-18 ГОСТ 28498-90 и термометра электронного карманного Checktemp 1.

5.2.4.2 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации СИДТ 2.851.054 РЭ (в дальнейшем – руководство по эксплуатации).

5.2.4.3 Открыть крышку кюветного отделения и установить в гнездо держателя кювет требуемый лабораторный термометр.

5.2.4.4 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 20 °С в соответствии с приложением Л руководства пользователя СИДТ 2.851.054 РП (в дальнейшем – руководство пользователя) и через 20 мин снять показания термометра.

5.2.4.5 Снять показания термометра с периодичностью 10 мин еще 4 раза.

5.2.4.6 Определить отклонения температуры Δt_i термостатируемого держателя кювет от установленного значения по формуле

$$\Delta t_i = t_{\text{изм } i} - t_{\text{уст}}, \quad (1)$$

где i – номер измерения;

$t_{\text{изм } i}$ – i -е измеренное значение температуры термостатируемого держателя кювет, °С;

$t_{\text{уст}}$ – установленное значение температуры термостатируемого держателя кювет, °С.

5.2.4.7 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 35 °С в соответствии с приложением Л руководства пользователя и через 10 мин снять показания термометра.

5.2.4.8 Снять показания термометра с периодичностью 10 мин еще 4 раза.

5.2.4.9 Определить отклонения температуры Δt_i термостатируемого держателя кювет от установленного значения по формуле (1).

5.2.4.10 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 50 °С в соответствии с приложением Л руководства пользователя и через 10 мин снять показания термометра.

5.2.4.11 Снять показания термометра с периодичностью 10 мин еще 4 раза.

5.2.4.12 Определить отклонения температуры Δt_i термостатируемого держателя кювет от установленного значения по формуле (1).

5.2.4.13 Результаты проверки считают положительными, если все отклонения температуры Δt_i термостатируемого держателя кювет от установленных значений, определенные по формуле (1), не превышают $\pm 0,5$ °С в диапазоне от 25 до 40 °С, в остальном диапазоне – не более $\pm 1,0$ °С.

5.2.5 Проверка дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги в режиме спектрофлуориметра

5.2.5.1 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации и установить необходимые режимы и параметры работы в соответствии с приложением Ж руководства пользователя. При необходимости прогреть спектрофлуориметр в течение 30 мин после включения.

5.2.5.2 Выполнить измерение сигнала I люминесценции белой бумаги (в относительных единицах) в течение 30 мин согласно приложению Ж руководства пользователя.

5.2.5.3 Определить значения максимального I_{max} и минимального I_{min} сигналов люминесценции белой бумаги согласно приложению Ж руководства пользователя.

5.2.5.4 Определить среднее арифметическое значение $\bar{I}$ сигнала люминесценции белой бумаги по формуле

$$\bar{I} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i, \quad (2)$$

где i – номер измерения;
 n – количество измерений (не менее 10);
 I_i – i -е измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах.

5.2.5.5 Определить верхнее δ_v и нижнее δ_n значения дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги (%) по формулам:

$$\delta_v = \frac{I_{\max} - \bar{I}}{\bar{I}} \times 100, \quad (3)$$

$$\delta_n = \frac{I_{\min} - \bar{I}}{\bar{I}} \times 100 \quad (4)$$

5.2.5.6 Результаты проверки считают положительными, если нижнее δ_n и верхнее δ_v значения дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, рассчитанные по формулам (3) и (4), находятся в диапазоне $\pm 5 \%$.

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Проверка спектрального диапазона измерений

5.3.1.1 Проверку спектрального диапазона измерений проводят при определении абсолютной погрешности установки заданной длины волны по методике п. 5.3.2; определении абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде по методике п. 5.3.4; определении абсолютной погрешности при измерении оптической плотности по методике п. 5.3.6.

Спектральный диапазон измерений должен быть:

- в режиме спектрофлуориметра – от 220 до 820 нм;
- в режиме спектрофотометра – от 220 до 1000 нм.

5.3.1.2 Результаты проверки считают положительными, если при проведении вышеуказанных определений, спектрофлуориметр соответствует требованиям пп.5.3.2.1.9, 5.3.2.2.9, 5.3.4.12 и 5.3.6.11.

5.3.2 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматоров возбуждения и регистрации

5.3.2.1 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения

5.3.2.1.1 Определение проводится с использованием светофильтра С7 (ПС7) из комплекта аттестованных светофильтров КСС 04 для поверки спектрофлуориметра.

5.3.2.1.2 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации и установить необходимые режимы и параметры работы в соответствии с приложением А руководства пользователя.

При необходимости прогреть спектрофлуориметр в течение 30 мин после включения.

5.3.2.1.3 Измерить спектр поглощения светофильтра С7 в диапазоне длин волн от 340 до 365 нм в соответствии с приложением А руководства пользователя.

5.3.2.1.4 Определить длину волны максимума поглощения светофильтра С7 в диапазоне длин волн от 348 до 352 нм в соответствии с приложением А руководства пользователя и записать полученное значение.

5.3.2.1.5 Определить оценку $\tilde{\Delta\lambda}$ абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм, по формуле

$$\tilde{\Delta\lambda} = \lambda_{\text{изм}} - \lambda, \quad (5)$$

где $\lambda_{\text{изм}}$ – длина волны максимума поглощения светофильтра С7, полученная при измерении, нм;

λ – длина волны максимума поглощения, указанная в свидетельстве об аттестации (калибровке) светофильтра С7, нм.

5.3.2.1.6 Выполнить операции согласно пп. 5.3.2.1.3 – 5.3.2.1.5 десять раз.

5.3.2.1.7 Определить оценку $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}]$ СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны, нм, по формуле

$$\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (\Delta\lambda_i - \tilde{\Delta}_s \lambda)^2}{9}}, \quad (6)$$

$$\tilde{\Delta}_s \lambda = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} \Delta\lambda_i, \quad (7)$$

$$\Delta\lambda_i = \lambda_i - \lambda, \quad (8)$$

где i – номер измерения;

$\tilde{\Delta}_s \lambda$ – оценка систематической составляющей абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм;

$\Delta\lambda_i$ – i -я реализация (отсчет) абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм;

λ_i – результат i -го определения длины волны максимума поглощения светофильтра С7, нм;

λ – длина волны максимума поглощения, указанная в свидетельстве об аттестации (калибровке) светофильтра С7, нм.

5.3.2.1.8 Измерить спектры поглощения светофильтра С7 в диапазонах длин волн: 560 – 600 нм; 860 – 900 нм, определить длины волн максимумов поглощения светофильтра С7 в диапазонах длин волн: 583 – 587 нм и 877 – 881 нм, определить оценки $\tilde{\Delta\lambda}$ абсолютной погрешности и оценки $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}]$ СКО случайной составляющей погрешности, выполнив операции согласно пп. 5.3.2.1.3 – 5.3.2.1.7.

5.3.2.1.9 Результаты определения считают положительными, если все полученные значения оценок $\tilde{\Delta\lambda}$ абсолютной погрешности установки заданной длины волны не превышают $\pm 1,0$ нм, а все полученные значения оценок $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}]$ СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны не превышают $\pm 0,2$ нм.

5.3.2.2 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны для монохроматора регистрации

5.3.2.2.1 Определение проводится с использованием дуговой ртутно-гелиевой спектральной лампы ДРГС-12 ОД 0.337.185 ТУ (в дальнейшем – лампа ДРГС-12), являющейся источником излучения линейчатого спектра в диапазоне длин волн 226,2 – 1083,0 нм. Для определения используются линии излучения ртути (Hg) с длинами волн 253,7 нм и 435,8 нм и линия излучения гелия (He) с длиной волны 706,5 нм. Указанные линии взяты из таблиц спектральных линий этих элементов.

5.3.2.2.2 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации и установить необходимые режимы и параметры работы в соответствии с приложением Б руководства пользователя. При необходимости прогреть спектрофлуориметр в течение 30 мин после включения.

5.3.2.2.3 Измерить спектр излучения лампы ДРГС-12 в диапазоне длин волн от 248 нм до 258 нм в соответствии с приложением Б руководства пользователя.

5.3.2.2.4 Определить длину волны максимума излучения лампы ДРГС-12 в диапазоне длин волн от 248 нм до 258 нм в соответствии с приложением Б руководства пользователя и записать полученное значение.

5.3.2.2.5 Определить оценку $\tilde{\Delta\lambda}$ абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм, по формуле (5),

где $\lambda_{\text{изм}}$ – длина волны максимума излучения лампы ДРГС-12, полученная при измерении, нм;

λ – длина волны максимума излучения лампы ДРГС-12, соответствующая линии излучения Hg с длиной волны 253,7 нм.

5.3.2.2.6 Выполнить операции согласно пп.5.3.2.2.3 – 5.3.2.2.5 десять раз.

5.3.2.2.7 Определить оценку $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}]$ СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны, нм, по формуле (6),

где λ_i – результат i -го определения длины волны максимума излучения лампы ДРГС-12, нм;

λ – длина волны максимума излучения лампы ДРГС-12, соответствующая линии излучения Hg с длиной волны 253,7 нм.

5.3.2.2.8 Измерить спектры излучения лампы ДРГС-12 в диапазонах длин волн: 430 – 440 нм; 700 – 712 нм, определить длины волн максимумов излучения лампы ДРГС-12 в указанных диапазонах длин волн, определить оценки $\tilde{\Delta\lambda}$ абсолютной погрешности и оценки $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}]$ СКО случайной составляющей погрешности, выполнив операции согласно пп.5.3.2.2.3 – 5.3.2.2.7.

5.3.2.2.9 Результаты определения считают положительными, если все полученные значения оценок $\tilde{\Delta\lambda}$ абсолютной погрешности установки заданной длины волны не превышают $\pm 1,0$ нм, а все полученные значения оценок $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta\lambda}]$ СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны не превышают $\pm 0,2$ нм.

5.3.3 Проверка диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

5.3.3.1 Проверку диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра проводят при определении абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде по методике п. 5.3.4.

Диапазон измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра должен быть от 0,02 до 8 мг/дм³.

5.3.3.2 Результаты проверки считают положительными, если на краях диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде все полученные значения оценок $\tilde{\Delta C}$ абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде не превышают значений пределов $\Delta_p C$ допускаемой абсолютной погрешности, рассчитанных по формуле (10).

5.3.4 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

5.3.4.1 Определение проводится с использованием поверочных растворов фенола в воде с массовой концентрацией 0,02; 0,05; 0,2; 1,0; 5,0 и 8,0 мг/дм³, приготавливаемых из государственного стандартного образца (ГСО) состава раствора фенола ГСО РФ 7346-96 согласно «Методики приготовления поверочных растворов для аттестации и поверки спектрофлуориметра СМ 2203 и расчета погрешности их приготовления» МПр.МН 17-2006 (в дальнейшем – методика приготовления).

Методика приготовления поверочных растворов фенола приведена в Приложении Б.

5.3.4.2 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации и установить необходимые режимы и параметры работы в соответствии с приложением В руководства пользователя. При необходимости прогреть спектрофлуориметр в течение 30 мин после включения.

5.3.4.3 Приготовить поверочные растворы фенола в воде согласно методике приготовления.

5.3.4.4 Выполнить измерение фонового сигнала флуоресценции дистиллированной воды ГОСТ 6709-72 и построение калибровочного графика по двум поверочным растворам фенола в воде с массовой концентрацией 0,02 и 8,0 мг/дм³ в соответствии с приложением В руководства пользователя.

5.3.4.5 Установить в кюветное отделение кювету с поверочным раствором фенола в воде с наименьшей массовой концентрацией и произвести измерение концентрации в соответствии с приложением В руководства пользователя. Записать полученное значение и достать кювету с поверочным раствором.

5.3.4.6 Определить оценку $\tilde{\Delta C}$ абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³, по формуле:

$$\tilde{\Delta C} = C_{\text{изм}} - C, \quad (9)$$

где $C_{\text{изм}}$ – измеренное значение массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³;

C – действительное (аттестованное) значение массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³.

5.3.4.7 Вычислить предел $\Delta_p C$ допускаемой абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³, по формуле (10).

$$\Delta_p C = \pm (0,004 + 0,2 \times C), \quad (10)$$

5.3.4.8 Выполнить операции согласно пп. 5.3.4.5 – 5.3.4.7 десять раз.

5.3.4.9 Определить оценку $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}C]$ СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³, по формуле

$$\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}C] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (\Delta C_i - \tilde{\Delta}_s C)^2}{9}}, \quad (11)$$

$$\tilde{\Delta}_s C = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} \Delta C_i, \quad (12)$$

$$\Delta C_i = C_i - C, \quad (13)$$

где i – номер измерения;

$\tilde{\Delta}_s C$ – оценка систематической составляющей абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³;

ΔC_i – i -я реализация (отсчет) абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³;

C_i – результат i -го измерения массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³;

C – действительное (аттестованное) значение массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³.

5.3.4.10 Вычислить предел $\sigma_p[\dot{\Delta}C]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³, по формуле (14),

$$\sigma_p[\dot{\Delta}C] = 0,001 + 0,05 \times C, \quad (14)$$

где C – действительное (аттестованное) значение массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³.

5.3.4.11 Измерить концентрацию остальных поверочных растворов фенола в воде, начиная с раствора с меньшей концентрацией, определить оценки $\tilde{\Delta}C$ абсолютной погрешности, вычислить пределы $\Delta_p C$ допускаемой абсолютной погрешности, определить оценки $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}C]$ СКО случайной составляющей погрешности и вычислить пределы $\sigma_p[\dot{\Delta}C]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности, выполнив операции согласно пп. 5.3.4.5 – 5.3.4.10.

5.3.4.12 Результаты определения считают положительными, если все полученные значения оценок $\tilde{\Delta C}$ абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде не превышают значений пределов $\Delta_p C$ допускаемой абсолютной погрешности, рассчитанных по формуле (10), а все полученные значения оценок $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta C}]$ СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде не превышают значений пределов $\sigma_p[\dot{\Delta C}]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности, рассчитанных по формуле (14).

5.3.5 Проверка диапазонов измерений коэффициента пропускания и оптической плотности в режиме спектрофотометра

5.3.5.1 Проверку диапазонов измерений коэффициента пропускания и оптической плотности в режиме спектрофотометра проводят при определении абсолютной погрешности при измерении оптической плотности по методике п. 5.3.6.

Диапазон измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра должен быть от 0 до 2 Б.

Коэффициент пропускания (Т, %) рассчитывают по формуле

$$T = \frac{1}{10^D} \times 100, \quad (15)$$

где D – измеренное значение оптической плотности, Б.

Диапазон измерений коэффициента пропускания в режиме спектрофотометра должен быть от 1 до 100 %.

5.3.5.2 Результаты проверки считают положительными, если на краях диапазона измерений оптической плотности все полученные значения оценок $\tilde{\Delta D}$ абсолютной погрешности при измерении оптической плотности не превышают значений пределов $\Delta_p D$ допускаемой абсолютной погрешности, рассчитанных по формуле (17).

5.3.6 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра

5.3.6.1 Определение проводится с использованием светофильтров № 1 - № 6 из комплекта аттестованных светофильтров для поверки спектрофлуориметра (ГР СИ № 64279-16).

5.3.6.2 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации и установить необходимые режимы и параметры работы в соответствии с приложением Г руководства пользователя.

При необходимости прогреть спектрофлуориметр в течение 30 мин после включения.

5.3.6.3 Измерить базовую величину оптической плотности с использованием светофильтров № 1 - № 4 на длинах волн 250 нм, 600 нм и 960 нм, для светофильтров № 5 - № 6 – на длинах волн 340 нм, 600 нм и 960 нм в соответствии с приложением Г руководства пользователя.

5.3.6.4 Установить в кюветное отделение светофильтр № 1 и произвести измерение оптической плотности на заданных длинах волн в соответствии с приложением Г руководства пользователя.

Записать полученные значения и достать светофильтр.

5.3.6.5 Определить оценки $\tilde{\Delta D}$ абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1, Б, на каждой заданной длине волны по формуле

$$\tilde{\Delta D} = D_{\text{изм}} - D, \quad (16)$$

где $D_{\text{изм}}$ – измеренное значение оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, Б;

D – паспортное (аттестованное) значение оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, Б.

5.3.6.6 Вычислить пределы $\Delta_p D$ допускаемой абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1, Б, на каждой заданной длине волны по формуле (17).

$$\Delta_p D = \pm (0,005 + 0,05 \times D), \quad (17)$$

5.3.6.7 Выполнить операции согласно пп. 5.3.6.4 – 5.3.6.6 десять раз.

5.3.6.8 Определить оценки $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta D}]$ СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1, Б, на каждой заданной длине волны, по формуле

$$\tilde{\sigma}[\dot{\Delta D}] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (\Delta D_i - \tilde{\Delta}_s D)^2}{9}}, \quad (18)$$

$$\tilde{\Delta}_s D = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} \Delta D_i, \quad (19)$$

$$\Delta D_i = D_i - D, \quad (20)$$

где i – номер измерения;

$\tilde{\Delta}_s D$ – оценка систематической составляющей абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра № 1 на заданной длине волны, Б;

ΔD_i – i -я реализация (отсчет) абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра № 1 на заданной длине волны, Б;

D_i – результат i -го измерения оптической плотности светофильтра № 1 на заданной длине волны, Б;

D – паспортное (аттестованное) значение оптической плотности светофильтра № 1 на заданной длине волны, Б.

5.3.6.9 Вычислить пределы $\sigma_p[\dot{\Delta}D]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности светофильтра № 1, Б, на каждой заданной длине волны по формуле (21),

$$\sigma_p[\dot{\Delta}D] = 0,002 + 0,015 \times D, \quad (21)$$

где D – паспортное (аттестованное) значение оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, Б.

5.3.6.10 Измерить оптические плотности остальных светофильтров № 2 - № 6 на заданных длинах волн, определить оценки $\tilde{\Delta}D$ абсолютной погрешности, вычислить пределы $\Delta_p D$ допускаемой абсолютной погрешности, определить оценки $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}D]$ СКО случайной составляющей погрешности и вычислить пределы $\sigma_p[\dot{\Delta}D]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности, выполнив операции согласно пп. 5.3.6.3 – 5.3.6.9.

5.3.6.11 Результаты определения считают положительными, если все полученные значения оценок $\tilde{\Delta}D$ абсолютной погрешности при измерении оптической плотности не превышают значений пределов $\Delta_p D$ допускаемой абсолютной погрешности, рассчитанных по формуле (17), а все полученные значения оценок $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}D]$ СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности не превышают значений пределов $\sigma_p[\dot{\Delta}D]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности, рассчитанных по формуле (21).

5.3.7 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра

5.3.7.1 Определение проводится с использованием светофильтра ЖС 4 из комплекта аттестованных светофильтров КСС 04 для поверки спектрофлуориметра (ГР СИ № 38270-08).

5.3.7.2 Подготовить спектрофлуориметр к использованию в соответствии с разделом 2 руководства по эксплуатации и установить необходимые режимы и параметры работы в соответствии с приложением Е руководства пользователя. При необходимости прогреть спектрофлуориметр в течение 30 мин после включения.

5.3.7.3 Измерить базовую величину коэффициента пропускания на заданных длинах волн: 250 нм и 340 нм в соответствии с приложением Е руководства пользователя.

5.3.7.4 Установить в кюветное отделение светофильтр ЖС 4 и произвести измерение коэффициента пропускания на заданных длинах волн в соответствии с приложением Е руководства пользователя. Достать светофильтр.

5.3.7.5 Результаты определения считают положительными, если измеренное значение коэффициента пропускания светофильтра ЖС-4 на длине волны 250 нм не превышает 0,5 %, а измеренное значение коэффициента пропускания светофильтра ЖС 4 на длине волны 340 нм не превышает 0,05 %.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Спектрофлуориметры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.5.3 фактических значений метрологических характеристик и наносят знак поверки (место указано в описании типа) согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектрофлуориметры допускают к эксплуатации.

6.2 По результатам проведения поверки спектрофлуориметра поверителем заполняется протокол поверки, рекомендуемая форма которого приведена в приложении А.

6.3 Спектрофлуориметры, не прошедшие поверку, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается извещение 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 Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ГОСУДАРСТВЕННОЙ ПОВЕРКИ

**КОМИТЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
(ГОССТАНДАРТ РБ)**

наименование территориального органа Госстандарта РБ _____

Аттестат аккредитации _____

ПРОТОКОЛ № _____

**государственной поверки спектрофлуориметра СМ 2203
ТУ ВУ 100424659.013-2006 зав. №** _____

Принадлежит _____

Поверка проводилась по методике поверки МРБ МП 17-2006

А.1 Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха _____
- относительная влажность _____
- атмосферное давление _____
- напряжение питающей сети _____

А.2 Средства измерений, используемые при поверке:

- мегаомметр _____ зав. № _____, дата очередной поверки _____;
- термометр ртутный лабораторный ТЛ-18 зав. № _____, дата очередной поверки _____;
- термометр Checktemp «Hanna Instruments» зав. № _____, дата очередной поверки _____;
- комплект аттестованных светофильтров для поверки спектрофлуориметра СМ 2203 типа КСС 04 зав. № _____, дата очередной поверки _____;
- государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фенола ГСО РФ 7346-96, годен до _____.

А.3 Проведение поверки _____

А.3.1 Внешний осмотр: _____

А.3.2 Опробование _____

А.3.2.1 Проверка электрического сопротивления изоляции цепи сетевого питания

Таблица А.1

Электрическое сопротивление изоляции цепи сетевого питания, МОм, не менее	Измеренное значение, МОм	Заключение о соответствии
20,0		

А.3.2.2 Проверка работоспособности: _____**А.3.2.3 Проверка диапазона установки температуры термостатируемого держателя кювет**

Таблица А.2

Значение проверяемого диапазона согласно методике поверки	Заключение о соответствии
Диапазон установки температуры термостатируемого держателя кювет в рабочих условиях эксплуатации – от 20 до 50 °С	

А.3.2.4 Проверка отклонения температуры термостатируемого держателя кювет от установленного значения

Таблица А.3

Установленная температура термостатируемого держателя кювет, °С	Допускаемое отклонение, °С, не более	Результат измерения, °С	Отклонение температуры от установленного значения Δt_i , °С	Заклучение о соответствии
20	$\pm 1,0$			
35	$\pm 0,5$			
50	$\pm 1,0$			

А.3.2.5 Проверка дрейфа сигнала для спектра комбинационного рассеяния (рамановского спектра) бидистиллированной воды

Таблица А.4

Количество измерений n		Заклучение о соответствии
$I_{\min}$, отн. ед.		
$I_{\max}$, отн. ед.		
$\bar{I}$, отн. ед.		
δ_B , не более, %	5	
Результат определения δ_B , %		
δ_H , не более, %	минус 5	
Результат определения δ_H		

А.3.3 Определение метрологических характеристик

А.3.3.1 Проверка спектрального диапазона измерений

Таблица А.5

Значение проверяемого диапазона согласно методике поверки	Заключение о соответствии
Спектральный диапазон измерений: – в режиме спектрофлуориметра – от 220 до 820 нм; – в режиме спектрофотометра – от 220 до 1000 нм.	

А.3.3.2 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения

Таблица А.6

Пределы $\Delta_p \lambda$ допускаемой абсолютной погрешности и предел $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения, нм	Длина волны λ , нм	Результаты измерений, нм			Заключение о соответствии
		λ_i	$\tilde{\Delta} \lambda_i$	$\tilde{\sigma} [\dot{\Delta} \lambda]$	
1	2	3	4	5	6
$\Delta_p \lambda = \pm 1,0$ $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda] = 0,2$	350,6				
$\Delta_p \lambda = \pm 1,0$ $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda] = 0,2$	585,4				
$\Delta_p \lambda = \pm 1,0$ $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda] = 0,2$	879,4				
Примечание: Численные значения, приведенные в графе «Длина волны λ , нм» даны для примера.					

А.3.3.3 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора регистрации

Таблица А.7

Пределы $\Delta_p \lambda$ допускаемой абсолютной погрешности и предел $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора регистрации, нм	Длина волны λ , нм	Результаты измерений, нм			Заключение о соответствии
		λ_i	$\tilde{\Delta} \lambda_i$	$\tilde{\sigma} [\dot{\Delta} \lambda]$	
1	2	3	4	5	6
$\Delta_p \lambda = \pm 1,0$ $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda] = 0,2$	253,7				
$\Delta_p \lambda = \pm 1,0$ $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda] = 0,2$	435,8				
$\Delta_p \lambda = \pm 1,0$ $\sigma_p [\dot{\Delta} \lambda] = 0,2$	706,5				

А.3.3.4 Проверка спектрального диапазона измерений

Таблица А.8

Значение проверяемого диапазона согласно методике поверки	Заключение о соответствии
Диапазон измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра – от 0,02 до 8 мг/дм ³	

Пределы $\Delta_p C$ допускаемой абсолютной погрешности и предел $\sigma_p [\dot{A}C]$ допускаемого СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм ³	Результаты измерений, мг/дм ³				Заключение о соответствии
	C_i	$\tilde{\Delta} C_i$	$\Delta_p C$	$\tilde{\sigma} [\dot{A}C]$	
1	2	3	4	5	6
Аттестованное значение массовой концентрации фенола в воде $C = 0,02$ мг/дм ³					
$\Delta_p C = \pm 0,008$, $\sigma_p [\dot{A}C] = 0,002$					
Аттестованное значение массовой концентрации фенола в воде $C = 0,05$ мг/дм ³					
$\Delta_p C = \pm 0,014$, $\sigma_p [\dot{A}C] = 0,0035$					
Аттестованное значение массовой концентрации фенола в воде $C = 0,2$ мг/дм ³					
$\Delta_p C = \pm 0,044$, $\sigma_p [\dot{A}C] = 0,011$					
Аттестованное значение массовой концентрации фенола в воде $C = 1,0$ мг/дм ³					
$\Delta_p C = \pm 0,204$, $\sigma_p [\dot{A}C] = 0,051$					

Продолжение таблицы А.9

[illegible]

А.3.3.6 Проверка диапазонов измерений коэффициента пропускания и оптической плотности в режиме спектрофотометра

Таблица А.10

Значение проверяемого диапазона согласно методике поверки	Заключение о соответствии
Диапазон измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра – от 0 до 2 Б	
Диапазон измерения коэффициента пропускания в режиме спектрофотометра – от 1 до 100 %	

А.3.3.7 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра

Таблица А.11

[illegible]

Продолжение таблицы А.11

1	2	3	4	5	6	7
Светофильтр С1, $\lambda = 600$ нм, $D =$						
$\Delta_p D = \pm (0,005 + 0,05 \times D)$ $\sigma_p [\Delta D] = 0,002 + 0,015 \times D$						
Светофильтр С1, $\lambda = 960$ нм, $D =$						
$\Delta_p D = \pm (0,005 + 0,05 \times D)$ $\sigma_p [\Delta D] = 0,002 + 0,015 \times D$						
Примечание: Строки таблицы А.11 заполняются для всех светофильтров С1...С6 из комплекта аттестованных светофильтров для поверки спектрофлуориметра...						

А.3.3.8 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра

Таблица А.12

Уровень мешающего излучения, %, не более		Результаты измерений, %		Заключение о соответствии
$\lambda = 250$ нм	$\lambda = 340$ нм	$\lambda = 250$ нм	$\lambda = 340$ нм	
0,5	0,05			

Государственный
поверитель_____
подпись_____
расшифровка подписи

Дата поверки " ____ " _____ 201 ____ г.

Приложение Б

(обязательное)

Методика приготовления поверочных растворов фенола

Б.1 Назначение и область применения методики

Настоящая методика устанавливает приготовление поверочных растворов фенола в воде с массовыми концентрациями $0,02 \text{ мг/дм}^3$, $0,05 \text{ мг/дм}^3$, $0,2 \text{ мг/дм}^3$, $1,0 \text{ мг/дм}^3$, $5,0 \text{ мг/дм}^3$ и $8,0 \text{ мг/дм}^3$. Аттестованные растворы предназначены для определения абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении массовой концентрации фенола в воде для аттестации и поверки спектрофлуориметра СМ 2203.

При наличии методики выполнения измерений (МВИ) допускается использовать другие вещества, люминесцирующие в спектральной области от 220 нм до 820 нм.

Б.2 Метрологические характеристики

– государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фенола ГСО РФ 7346-96; относительная погрешность аттестованного значения ГСО равна 1% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Б.3.1 Средства измерений:

- колбы мерные 4-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5 по ГОСТ 29227-91.
- государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фенола ГСО РФ 7346-96; относительная погрешность аттестованного значения ГСО равна 1% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Б.3.2 Вспомогательное оборудование:

- стакан Н-1-100 по ГОСТ 25336-82/

Б.3.3 Реактивы:

- вода дистиллированная – по ГОСТ 6709-72.

Б.4 Процедура приготовления

Б.4.1 Общие указания

Б.4.1.1 Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фенола (в дальнейшем – ГСО фенола), необходимый для приготовления поверочных растворов, находится в запаянной маркированной стеклянной ампуле. Объем ГСО фенола в ампуле составляет не менее $1,0 \text{ см}^3$.

Б.4.1.2 Не допускаются к использованию экземпляры ГСО фенола с поврежденными ампулами.

Б.4.1.3 Ампулу с ГСО фенола вскрывают непосредственно перед использованием. После вскрытия ампулы ГСО фенола хранению не подлежит.

Б.4.1.4 Дистиллированную воду для приготовления поверочных растворов перед использованием кипятят, охлаждают и хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой во избежание насыщения кислородом воздуха. Срок хранения – 1 сутки.

Б.4.1.5 Приготовление поверочных растворов следует осуществлять в помещении при температуре окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Б.4.1.6 Приготовленные поверочные растворы должны использоваться при температуре окружающего воздуха $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, при этом температура окружающего воздуха не должна изменяться больше, чем на 1°C в течение всей процедуры аттестации или поверки спектрофлуориметра СМ 2203. Поверочные растворы должны быть использованы непосредственно в день приготовления.

Б.4.2 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией $8,0 \text{ мг/дм}^3$

Б.4.2.1 Из химического стакана с ГСО фенола с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$ пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают объем, равный $0,8 \text{ см}^3$, и переносят в мерную колбу объемом 100 см^3 . Доводят объем раствора до 100 см^3 , доливая в колбу дистиллированную воду.

Б.4.2.2 Массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе определяется по формуле

$$C_j = C_i \frac{V_i}{V_j}, \quad (1)$$

где C_j – массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе, мг/дм^3 ;

C_i – массовая концентрация фенола в исходном растворе, отбираемом пипеткой, мг/дм^3 ;

V_i – объем исходного раствора с массовой концентрацией C_i , отбираемый пипеткой, см^3 ;

V_j – объем приготовленного поверочного раствора, см^3 .

Б.4.3 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией $5,0 \text{ мг/дм}^3$

Б.4.3.1 Из раствора с массовой концентрацией $8,0 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают объем, равный $62,5 \text{ см}^3$ (два раза по 25 см^3 и $12,5 \text{ см}^3$), и переносят его в мерную колбу объемом 100 см^3 . Доводят объем раствора до 100 см^3 , доливая в колбу дистиллированную воду.

Б.4.3.2 Массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе определяется по формуле (1).

Б.4.4 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/дм}^3$

Б.4.4.1 Из раствора с массовой концентрацией $5,0 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают объем, равный $20,0 \text{ см}^3$, и переносят в мерную колбу объемом 100 см^3 . Доводят объем раствора до 100 см^3 , доливая в колбу дистиллированную воду.

Б.4.4.2 Массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе определяется по формуле (1).

Б.4.5 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией $0,2 \text{ мг/дм}^3$

Б.4.5.1 Из раствора с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают объем, равный $20,0 \text{ см}^3$, и переносят в мерную колбу объемом

100 см³. Доводят объем раствора до 100 см³, доливая в колбу дистиллированную воду.

Б.4.5.2 Массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе определяется по формуле (1).

Б.4.6 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³

Б.4.6.1 Из раствора с массовой концентрацией 0,2 мг/дм³ пипеткой вместимостью 25 см³ отбирают объем, равный 25,0 см³, и переносят в мерную колбу объемом 100 см³. Доводят объем раствора до 100 см³, доливая в колбу дистиллированную воду.

Б.4.6.2 Массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе определяется по формуле (1).

Б.4.7 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³

Б.4.7.1 Из раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³ пипеткой вместимостью 25 см³ отбирают объем, равный 40,0 см³ (два раза по 20 см³), и переносят в мерную колбу объемом 100 см³. Доводят объем раствора до 100 см³, доливая в колбу дистиллированную воду.

Б.4.7.2 Массовая концентрация фенола в приготовленном поверочном растворе определяется по формуле (1).

Б.5 Расчет метрологических характеристик поверочных растворов

Б.5.1 Источниками погрешности при приготовлении поверочных растворов являются погрешности мер вместимости, приведенных в таблицах 1 и 2, и относительная погрешность аттестованного значения ГСО фенола, которая с доверительной вероятностью 0,95 не превышает 1 %.

Таблица 1 Пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91 2 класса точности

Номинальная вместимость, мл	Цена наименьшего деления шкалы, мл	Пределы допускаемой погрешности объема пипетки, мл
1	0,01	± 0,01
25	0,20	± 0,20

Таблица 2 Колбы мерные по ГОСТ 1770-74 2 класса точности

Номинальная вместимость, мл	Допускаемая погрешность объема колбы, мл
100	0,2

Б.5.2 Относительная погрешность приготовления поверочного раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ определяется по формуле (2):

$$\Theta_j = \sqrt{\Theta_i^2 + \Theta_{vi}^2 + \Theta_{vj}^2}, \quad (2)$$

где Θ_i – относительная погрешность аттестованного значения ГСО, %;

Θ_{vi} – относительная погрешность измерения объема V_i исходного раствора, взятого при помощи пипетки, %;

Θ_{vj} – относительная погрешность измерения объема V_j раствора, приготовленного при помощи мерной колбы, %;

Б.5.3 Относительная погрешность приготовления остальных поверочных растворов определяется по формуле (3):

$$\Theta_j = \sqrt{\Theta_i^2 + \Theta_{vi}^2 + \Theta_{vj}^2}, \quad (3)$$

где Θ_i – относительная погрешность приготовленного ранее исходного поверочного раствора, %;

Б.5.4 Относительная погрешность измерения объема Θ_v определяется по формуле (4):

$$\Theta_v = \frac{\Delta V}{V} \times 100 \%, \quad (4)$$

где ΔV – допускаемой погрешность от номинальной вместимости, мл;

V – объем исходного или приготовленного поверочного раствора, мл.

Б.5.5 Результаты расчета относительной погрешности приготовления поверочных растворов:

для раствора с концентрацией 8,0 мг/дм³

$$\Theta_j = \sqrt{1,0^2 + (0,01 \cdot 100 / 0,8)^2 + (0,2 \cdot 100 / 100)^2} = 1,6 \%;$$

для раствора с концентрацией 5,0 мг/дм³

$$\Theta_j = \sqrt{1,6^2 + 2 \cdot (0,2 \cdot 100 / 25)^2 + (0,2 \cdot 100 / 12,5)^2 + (0,2 \cdot 100 / 100)^2} = 2,4 \%;$$

для раствора с концентрацией 1,0 мг/дм³

$$\Theta_j = \sqrt{2,4^2 + (0,2 \cdot 100 / 20)^2 + (0,2 \cdot 100 / 100)^2} = 2,6 \%;$$

для раствора с концентрацией 0,2 мг/дм³

$$\Theta_j = \sqrt{2,6^2 + (0,2 \cdot 100 / 20)^2 + (0,2 \cdot 100 / 100)^2} = 2,8 \%;$$

для раствора с концентрацией 0,05 мг/дм³

$$\Theta_j = \sqrt{2,8^2 + (0,2 \cdot 100 / 25)^2 + (0,2 \cdot 100 / 100)^2} = 2,9 \%;$$

для раствора с концентрацией 0,02 мг/дм³

$$\Theta_j = \sqrt{2,9 + 2 \cdot (0,2 \cdot 100 / 20)^2 + (0,2 \cdot 100 / 100)^2} = 3,2 \, \%$$

Таблица 3 Результаты расчета относительной погрешности приготовления поверочных растворов

Номер поверочного раствора	Массовая концентрация фенола, мг/дм ³	Доверительные границы относительной погрешности, ($\delta = 1,1 \cdot \Theta$) %
1	8,0	1,8
2	5,0	2,6
3	1,0	2,9
4	0,2	3,1
5	0,05	3,2
6	0,02	3,5

Б.6 Требования к безопасности

Б.6.1 По степени воздействия на организм человека растворы фенола в воде (поверочные растворы) отнесены ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

Б.6.2 Содержание фенола в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимой концентрации 0,3 мг/м³ в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88. Агрегатное состояние фенола в воздухе рабочей зоны – пары.

Б.6.3 Операторов инструктируют о мерах предосторожности при работе с раствором фенола в воде.

Б.7 Требования к квалификации исполнителей

Аттестованный раствор готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

Б.8 Требования к упаковке и маркировке

Аттестованные растворы помещают в колбы с пришлифованной пробкой. На колбы наклеивают этикетки с указанием массовых концентраций растворов фенола, датой и временем приготовления.

Б.9 Условия хранения

Аттестованные растворы хранят при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более 8 ч.

[illegible]