

СОГЛАСОВАНО

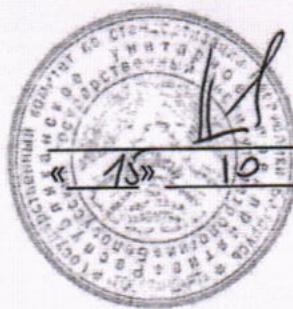
Директор

ЗАО "Спектроскопия, оптика и
лазеры- авангардные разработки"



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора БелГИМ



Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь

СПЕКТРОФЛУОРИМЕТРЫ СМ 2203

Методика поверки

МРБ МП. 4026-2024

Листов 27

Разработчик:

Ведущий инженер-конструктор

ЗАО «Спектроскопия, оптика и

лазеры – авангардные разработки»

А.И. Никоненко

«10» 10 2024 г.

Минск, 2024

Настоящая методика поверки (далее – МП) распространяется на спектрофлуориметры СМ 2203 (далее – спектрофлуориметр) производства ЗАО «Спектроскопия, оптика и лазеры – авангардные разработки», Республика Беларусь, и устанавливает методы и средства их первичной и последующих поверок.

Обязательные метрологические требования к спектрофлуориметру приведены в приложении А.

1 Нормативные ссылки

В настоящей МП использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

ТКП 8.007-2023 (33540) Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений, предназначенных для применения при измерениях вне сферы законодательной метрологии. Правила проведения работ

ТКП 181-2009 Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей

ТКП 427-2022 Электроустановки. Правила по обеспечению безопасности при эксплуатации

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20903-75 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 25336-82 Вода дистиллированная. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание – При пользовании настоящей МП целесообразно проверить действие ссылочных документов на официальном сайте Национального фонда технических нормативных правовых актов в глобальной компьютерной сети Интернет.

Если ссылочные документы заменены (изменены), то при пользовании настоящей МП следует руководствоваться действующими взамен документами. Если ссылочные документы отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Операции поверки

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	последующей поверке
1	2	3	4
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Опробование	7.2	Да	Да
2.1 Проверка работоспособности. Идентификация программного обеспечения	7.2.1	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	7.3	Да	Да

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
3.1 Определение абсолютной погрешности воспроизведения температуры в термостатируемом держателе кювет	7.3.1	Да	Да
3.2 Проверка дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра	7.3.2	Да	Нет
3.3 Проверка спектрального диапазона измерений	7.3.3	Да	Да
3.4 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) установки заданной длины волны монохроматора возбуждения	7.3.3.1	Да	Да
3.5 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) установки заданной длины волны монохроматора регистрации	7.3.3.2	Да	Да
3.6 Проверка диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра.	7.3.4	Да	Да
3.7 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра	7.3.4.1	Да	Да
3.8 Проверка диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра	7.3.5	Да	Да
3.9 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра	7.3.5.1	Да	Да
3.10 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра	7.3.6	Да	Да
4 Оформление результатов поверки	8	Да	Да
Примечание – Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают			

3 Средства поверки

При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) эталонов и вспомогательных средств поверки, их метрологические и основные технические характеристики, обозначение документа
7.3.3 7.3.5 7.3.6	Комплект светофильтров КСС-04. Диапазон измерений оптической плотности от 0,002 до 2,0 Б, допускаемая абсолютная погрешность $\Delta D = \pm 0,43 \Delta \tau / \tau$; $\Delta \tau = \pm 0,25 \%$, где ΔD – абсолютная погрешность измерения оптической плотности, Б; $\Delta \tau$ – погрешность измерения спектрального коэффициента направленного пропускания, %; τ – спектральный коэффициент направленного пропускания, %.
7.3.1	Термометр электронный ЛТ-300, диапазон измерений от минус 50 °С до плюс 300 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,05$ °С.
7.3.2	Белая бумага по [1]
7.3.3.2	Дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС-12 ОД 0.337.185 ТУ, диапазон измерений от 226 до 1083 нм.
7.3.3.1	Государственный стандартный образец (далее – ГСО) состава раствора фенола, относительная погрешность аттестованного значения ГСО 1 % при доверительной вероятности 0,95; ГСО РБ 1905-2015 (ГСО РФ 8714-2005).
7.3.4.1	Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2 класса точности, вместимостью не более 100 см ³ .
7.3.4.1	Пипетки градуированные по ГОСТ 29169, 2 класса точности, вместимостью 5; 10; 20; 25; 50 см ³ .
7.3.4.1	Стакан химический по ГОСТ 25336
7.3.4.1	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709
7.3.1	Кювета кварцевая по ГОСТ 20903-75
7.3.1	Секундомер электронный ИНТЕГРАЛ С-01. Диапазон измерений от 0 до 9 ч 59 мин 59,99 с. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения в режиме секундомера $\pm(9,6 \cdot 10^{-6} \cdot T_x + 0,01)$, где T_x – значение измеренного интервала времени, с.
6	Комбинированный прибор testo 625. Диапазон измерений относительной влажности от 5 % до 95 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении относительной влажности $\Delta = \pm 3 \%$; диапазон измерений температуры от 0 °С до 60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении температуры $\Delta = \pm 0,5$ °С.
Примечания	
1 Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью	
2 Все средства измерений должны иметь действующие знаки поверки и (или) свидетельства о поверке (калибровке)	

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений при поверке и (или) обработке результатов измерений необходимо допускать лиц, имеющих необходимую квалификацию в области обеспечения единства измерений.

Поверку спектрофлуориметра должен выполнять персонал, прошедший инструктаж по охране труда, имеющий необходимую подготовку для работы со спектрофлуориметром, используемыми эталонами и вспомогательными средствами поверки.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в ТКП 181, ТКП 427 и эксплуатационной документации (далее – ЭД) на спектрофлуориметр [2] и эталонные и вспомогательные средства поверки.

5.2 По степени воздействия на организм человека раствор фенола в воде (контрольные растворы) относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

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

6 Условия поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При проведении внешнего осмотра устанавливают соответствие спектрофлуориметра следующим требованиям:

- соответствие комплектности представленного в поверку спектрофлуориметра ЭД[2];
- отсутствие механических повреждений спектрофлуориметра, влияющих на работоспособность и нормированные метрологические характеристики;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак изготовителя, тип и заводской номер спектрофлуориметра);
- отсутствие внутри спектрофлуориметра посторонних элементов.

7.1.2 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если спектрофлуориметр соответствует всем перечисленным требованиям 7.1.1.

7.2 Опробование

7.2.1 Проверка работоспособности. Идентификация программного обеспечения

7.2.1.1 Включить спектрофлуориметр и персональный компьютер к сети.

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

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

7.2.1.4 Запустить ПО СМ 2203. Для просмотра идентификационных данных ПО необходимо выбрать вкладку «О программе». В появившемся на экране окне отобразится наименование и номер версии ПО.

Спектрофлуориметр считается прошедшим поверку, если в главном окне программы появится сообщение об установлении связи со спектрофлуориметром, идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	СМ 2203
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.06

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение абсолютной погрешности воспроизведения температуры в термостатируемом держателе кювет

Проверку температуры в термостатируемом держателе кювет спектрофлуориметра проводят с помощью термометра электронного ЛТ-300 (далее – термометр), кюветы с дистиллированной водой.

7.3.1.1 Кювету наполнить дистиллированной водой.

7.3.1.2 Открыть крышку кюветного отделения и установить в гнездо держателя кювет кювету с дистиллированной водой.

7.3.1.3 Установить в кювету с дистиллированной водой термометр.

7.3.1.4 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 20 °С, для чего выполнить следующие операции:

- в программном обеспечении нажать кнопку «Т»;
- в появившемся окне «Термостат» в группе «Заданная температура» в поле ввода температуры установить значение температуры «20» °С и нажать кнопку «Включить термостат». Стартует процесс установки заданной температуры, при этом в информационном поле «Реальная температура» будет отображаться текущее значение температуры держателя кювет.

7.3.1.5 Через 30 мин снять показания термометра.

7.3.1.6 Снять показания термометра через 10 мин один раз.

7.3.1.7 Определить абсолютную погрешность воспроизведения температуры Δt_i в термостатируемом держателе кювет Δt_i , °С по формуле

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

где $t_{\text{изм } i}$ – i -е значение температуры, измеренное термометром в кювете с дистиллированной водой, установленной в термостатируемом держателе кювет, °С;

$t_{\text{уст}}$ – установленное значение температуры в термостатируемом держателе кювет, °С.

7.3.1.8 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 35 °С, а затем 50 °С, выполнив операции согласно п. 7.3.1.4-7.3.1.7.

Результаты поверки считаются положительными, если абсолютная погрешность воспроизведения температуры Δt_i в термостатируемом держателе кювет будет соответствовать значениям, указанным в приложении А.

7.3.2 Проверка дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра

7.3.2.1 Для проверки дрейфа сигнала люминесценции используется белая бумага по [1].

7.3.2.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «FL» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.2.3 В строке меню Главного окна нажать вкладку «Кинетика», а затем клавишу «Кинетика FL».

7.3.2.4 В окне «Кинетика FL» установить следующие режимы:

– в группе «Длина волны, нм» в полях ввода «λ1» установить длину волны возбуждения для монохроматора возбуждения «E_x» – «320» нм, и длину волны регистрации для монохроматора регистрации «E_m» – «500» нм;

– в полях ввода «Щель, нм» установить величину выделяемого спектрального интервала для монохроматора возбуждения «E_x» – «5,0» нм, для монохроматора регистрации «E_m» – «5,0» нм;

– установить время усреднения «очень большое, 2.0»;

– установить периодичность «2 минуты»;

– установить чувствительность ФЭУ «низкая»;

– установить длительность «30 минут»;

– галочка в строке «Авто 0» должна отсутствовать.

Примечание – В случае превышения сигнала более допустимого значения, необходимо уменьшить ширину щели (пример: 3,5 нм и (или) 4,0 нм).

7.3.2.5 Провести измерение сигнала люминесценции бумаги в течение 30 мин, выполнив следующие операции:

– открыть крышку кюветного отделения и установить в держатель кювет полоску белой бумаги (полоску бумаги расположить по диагонали кюветного отделения). Закрыть крышку кюветного отделения;

Примечание – при всех измерениях, производимых на спектрофлуориметре, крышка кюветного отделения должна быть закрыта.

– в окне «Кинетика FL» нажать кнопку «Старт».

Процесс измерения сигнала в течение 30 мин будет отражаться в окне «График».

7.3.2.6 Среднее арифметическое сигнала люминесценции белой бумаги $\bar{I}$, отн. ед., рассчитывается по формуле

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

где I_i – i -е измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах;

n – количество измерений, $n = 10$.

7.3.2.7 Значение $\bar{I}$ можно определить с помощью ПО «СМ 2203», выполнив следующие операции:

– в главном окне программы нажать кнопку «Калькулятор спектров», а затем клавишу «Калькулятор». Выбрать вкладку «Статистика», нажать кнопку «AVRG» (среднее арифметическое);

– в группе «Операнды» установить нужный массив и нажать кнопку «AVRG», в строке «Справка» появится результат.

7.3.2.8 Определить верхнее δ_v и нижнее δ_n значения дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, %, по формулам

$$\delta_{\text{в}} = \frac{I_{\text{max}} - \bar{I}}{\bar{I}} \cdot 100; \quad (3)$$

$$\delta_{\text{н}} = \frac{I_{\text{min}} - \bar{I}}{\bar{I}} \cdot 100, \quad (4)$$

где I_{max} – максимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах;

I_{min} – минимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах.

Результаты поверки считают положительными, если нижнее $\delta_{\text{н}}$ и верхнее $\delta_{\text{в}}$ значения дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги будут соответствовать значениям, указанным в приложении А.

7.3.3 Проверка спектрального диапазона измерений

Проверку спектрального диапазона измерений осуществляют при определении абсолютной погрешности установки заданной длины волны согласно п. 7.3.3.1 и п. 7.3.3.2.

Для определения диапазона измерений и абсолютной погрешности спектрофлуориметра при измерении оптической плотности используют комплект светофильтров КСС-04 (далее – светофильтры).

7.3.3.1 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) установки заданной длины волны монохроматора возбуждения

7.3.3.1.1 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «РН» и закрыть крышку кюветного отделения.

Примечание – При измерении крышка кюветного отделения спектрофлуориметра должна быть закрыта

7.3.3.1.2 Открыть крышку кюветного отделения спектрофлуориметра и установить в держатель кювет светофильтр С7 из комплекта светофильтров КСС-04. Закрыть крышку кюветного отделения.

Примечание – Маркировка на оправе светофильтра должна находиться сверху и быть обращена в сторону знака «V», указывающего направление светового пучка.

7.3.3.1.3 В главном окне выбрать вкладку «Спектр», а затем «РН».

Установить параметры сканирования:

- длина волны – от 346 до 356 нм;
- щель – 1 нм;
- шаг – 0,1 нм;
- скорость – «очень быстрая».

Нажать клавишу «Ноль» для измерения холостой пробы по воздуху.

7.3.3.1.4 Измерить спектр поглощения светофильтра С7 в диапазоне длин волн от 346 до 356 нм.

7.3.3.1.5 Определить длину волны максимума поглощения светофильтра С7 в диапазоне длин волн от 346 до 356 нм.

7.3.3.1.6 Определить абсолютную погрешность установки заданной длины волны $\tilde{\Delta}\lambda_i$, нм, по формуле

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

где $\lambda_{изм,i}$ – i -е измеренное значение длины волны максимума поглощения светофильтра С7, нм;
 λ – длина волны максимума поглощения, указанная в свидетельстве о поверке светофильтра С7, нм.

7.3.3.1.7 Выполнить операции согласно п.7.3.3.1.3 – 7.3.3.1.6 десять раз.

7.3.3.1.8 Измерить максимумы поглощения светофильтра С7 в диапазонах длин волн: от 580 до 590 нм; от 874 до 884 нм, согласно п. 7.3.3.1.3 – 7.3.3.1.7.

7.3.3.1.9 Определить СКО установки заданной длины волны $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$, нм, по формуле

$$\tilde{\sigma}[\Delta\lambda] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\tilde{\Delta\lambda}_i - \tilde{\Delta_s\lambda})^2}{n-1}}; \quad (6)$$

$$\tilde{\Delta_s\lambda} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tilde{\Delta\lambda}_i, \quad (7)$$

где n – количество измерений, $n = 10$;

$\tilde{\Delta_s\lambda}$ – значение абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм.

Результаты поверки считаются положительными, если значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta\lambda}_i$ установки заданной длины волны и значения СКО $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны соответствуют значениям, указанным в приложении А.

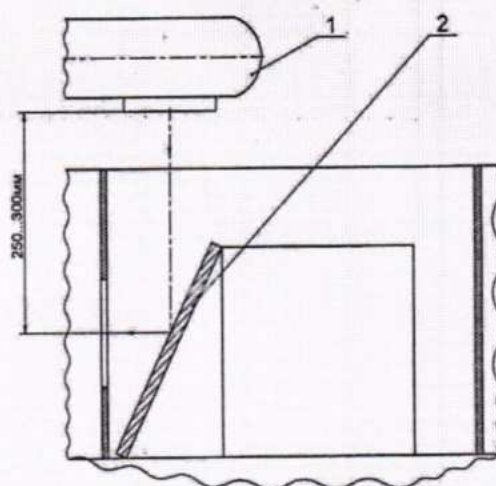
7.3.3.2 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) установки заданной длины волны монохроматора регистрации

7.3.3.2.1 Для определения абсолютной погрешности и СКО используется дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС-12 ОД0.337.185 ТУ (в дальнейшем – лампа ДРГС).

Примечание– Линии излучения ртути (Hg) с длинами волн 253,7 и 435,8 нм и линия излучения гелия (He) с длиной волны 706,5 нм. Данные линии взяты из таблиц спектральных линий этих элементов.

7.3.3.2.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «FL» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.3.2.3 Собрать схему освещения входной щели монохроматора регистрации в соответствии с рисунком 1.



1 – дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС;
2 – белая бумага

Рисунок 1 – Схема освещения входной щели монохроматора регистрации

7.3.3.2.4 Измерить максимумы излучения лампы ДРГС в диапазонах длин волн: от 248 до 258 нм.

В главном окне выбрать вкладку «Спектр». В появившемся окне перейти на вкладку Эти установить параметры:

- длина волны – начальная 248 нм, конечная 258 нм;
- щель – 1 нм;
- шаг – 0,1 нм;
- скорость – средняя;
- чувствительность ФЭУ подобрать на основании уровня сигнала, обеспечивающего

проведение измерения.

Нажать кнопку «Старт».

7.3.3.2.5 Измерить спектр излучения лампы ДРГС в диапазоне длин волн от 248 до 258 нм.

7.3.3.2.6 Определить длину волны максимума излучения лампы ДРГС в диапазоне длин волн от 248 до 258 нм.

7.3.3.2.7 Определить абсолютную погрешность установки заданной длины волны $\Delta\lambda$, нм, по формуле (5), где

$\lambda_{изм,i}$ – i – измеренное значение длины волны максимума излучения лампы ДРГС, нм;

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

7.3.3.2.8 Выполнить операции согласно п.7.3.3.2.5 – 7.3.3.2.7 десять раз.

7.3.3.2.9 Определить СКО $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны, нм, по формуле

(6).

7.3.3.2.10 Измерить максимумы излучения лампы ДРГС в диапазонах длин волн от 430 до 440 нм.

В главном окне выбрать вкладку «Спектр». В появившемся окне перейти на вкладку Эти установить параметры:

- длина волны – начальная 430 нм, конечная 440 нм;
- щель – 1 нм;

- шаг – 0,1 нм;
- скорость – средняя;
- чувствительность ФЭУ подобрать на основании уровня сигнала, обеспечивающего проведение измерения.

Нажать кнопку «Старт».

Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta\lambda}$ и СКО $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны, выполнив операции согласно п. 7.3.3.2.5 – 7.3.3.2.9.

7.3.3.2.11 Измерить максимумы излучения лампы ДРГС в диапазонах длин волн от 700 до 712 нм.

- длина волны – начальная 700 нм, конечная 712 нм;
- щель – 1 нм;
- шаг – 0,1 нм;
- скорость – средняя;
- чувствительность ФЭУ подобрать на основании уровня сигнала, обеспечивающего проведение измерения.

Нажать кнопку «Старт».

Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta\lambda}$ и СКО $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны, выполнив операции согласно п. 7.3.3.2.5 – 7.3.3.2.9.

Результаты поверки считаются положительными, если значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta\lambda}$ установки заданной длины волны и значения СКО $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны соответствуют значениям, указанным в приложении А.

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

Проверку диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра осуществляют при определении абсолютной погрешности измерения массовой концентрации фенола в воде согласно п. 7.3.4.1.

7.3.4.1 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

7.3.4.1.1 Для определения абсолютной погрешности и СКО используются поверочные растворы фенола в воде с массовой концентрацией 0,02; 0,05; 0,2; 1,0; 5,0 и 8,0 мг/дм³, приготовленных согласно «Методике приготовления поверочных растворов фенола», указанной в Приложении В.

7.3.4.1.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «FL» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.4.1.3 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 25 °С, для чего выполнить следующие действия:

- в программе «Спектрофлуориметр СМ2203» открыть диалоговое окно «Термостат» нажатием кнопки «Т»;
- в появившемся окне «Термостат», в списке/поле ввода «Заданная температура» установить значение 25 °С и нажать кнопку «Включить термостат». Стартует процесс установки заданной температуры, при этом в поле «Реальная температура» будет отражаться текущее значение температуры держателя кювет;
- дождаться выхода термостатируемого держателя кювет на заданную температуру (поле вывода периодически обновляется и по достижении реальной температурой заданной меняется с красного на зеленый).

Примечание – Температура поверочных растворов не должна отличаться от установленной температуры кюветного отделения более, чем на 0,5 °С.

7.3.4.1.4 В главном окне выбрать вкладку «Концентрация», а затем «Точечная FL».

Далее нажать «Настройка» и установить:

- в группе «Длина волны, нм» в полях ввода « λ_1 » установить длину волны возбуждения для монохроматора возбуждения «Е_х» – «260» нм, и длину волны регистрации для монохроматора регистрации «Е_т» – «300» нм;

- в полях ввода «Щель, нм» установить величину выделяемого спектрального интервала для монохроматора возбуждения «Е_х» – «5» нм, для монохроматора регистрации «Е_т» – «5» нм;

- в поле ввода «Ед. изм.» установить единицу измерения концентрации – «мг/дм³».

7.3.4.1.5 Провести измерение фонового сигнала рассеяния дистиллированной воды, выполнив следующие операции:

- открыть крышку кюветного отделения и установить в держатель кювет кварцевую кювету на две трети заполненную дистиллированной водой. Закрыть крышку кюветного отделения;

- во вкладке «Концентрация», «Точечная FL» нажать «Холостая проба».

7.3.4.1.6 Провести построение калибровочного графика по трем растворам фенола в воде с массовой концентрацией 0,02; 1,0 и 8,0 мг/дм³, выполнив следующие настройки:

- установить галочку «Холостая проба»;

- в группе «Калибровка» выбрать «График кусочно-линейный»;

- в таблице «Результаты измерений» в строке столбца «С, мг/дм³» установить значение массовой концентрации раствора фенола в воде – «0,02» мг/дм³;

- установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³ в держатель кювет и закрыть крышку кюветного отделения;

- нажать кнопку «Старт» и дождаться окончания измерения;

- в таблице во второй строке столбца «С, мг/дм³» установить значение массовой концентрации раствора фенола в воде – «1,0» мг/дм³;

- установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³ в держатель кювет и закрыть крышку кюветного отделения;

- нажать кнопку «Старт» и дождаться окончания измерения;

- в таблице в третьей строке столбца «С, мг/дм³» установить значение массовой концентрации раствора фенола в воде – «8,0» мг/дм³;

- установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ в держатель кювет и закрыть крышку кюветного отделения;

- нажать кнопку «Старт» и дождаться окончания измерения, а затем нажать кнопку «Расчет».

7.3.4.1.7 Установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³ в держатель кювет, закрыть крышку кюветного отделения и в окне «Точечная FL» нажать кнопку «Старт». В строке столбца «С, мг/дм³» появится измеренное значение концентрации.

7.3.4.1.8 Определить абсолютную погрешность при измерении массовой концентрации фенола в воде $\tilde{\Delta}C$, мг/дм³, по формуле

$$\tilde{\Delta}C = C_{\text{изм}} - C, \quad (8)$$

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

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

7.3.4.1.9 Вычислить пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде $\Delta_p C$, мг/дм³, для диапазона свыше 0,2 мг/дм³, по формуле

$$\Delta_p C = \pm (0,004 + 0,2 \cdot C). \quad (9)$$

7.3.4.1.10 Выполнить операции согласно п.7.3.4.1.6– 7.3.4.1.8 десять раз.

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

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

$$\tilde{\Delta}_s C = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta C_i, \quad (11)$$

где n – количество измерений, $n = 10$;

$\tilde{\Delta}_s C$ – значение абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³.

7.3.4.1.12 Вычислить предел допускаемого СКО при измерении массовой концентрации фенола в воде $\sigma_p [\dot{\Delta} C]$, мг/дм³, по формуле

$$\sigma_p [\dot{\Delta} C] = 0,001 + 0,05 \cdot C \quad (12)$$

7.3.4.1.13 Измерить концентрацию растворов фенола в воде, перечисленных в п. 7.3.4.1.1, начиная с раствора с меньшей концентрацией. Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta} C$ и СКО $\tilde{\sigma} [\dot{\Delta} C]$ при измерении массовой концентрации фенола в воде согласно п.7.3.4.1.8, 7.3.4.1.11.

Результаты считаются положительными, если значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta} C$ и СКО $\tilde{\sigma} [\dot{\Delta} C]$ при измерении массовой концентрации фенола в воде, соответствуют значениям, указанным в приложении А.

7.3.5 Проверка диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра

Проверку диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра осуществляют при определении абсолютной погрешности измерения оптической плотности в режиме спектрофотометра согласно п. 7.3.5.1.

7.3.5.1 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра

7.3.5.1.1 Для определения используются светофильтры С1...С4 из комплекта светофильтров КСС-04 на длинах волн 250; 600 и 960 нм, для светофильтров С5,С6 – на длинах волн 340; 600 и 960 нм.

7.3.5.1.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «РН» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.5.1.3 В главном окне выбрать вкладку «Контроль», а затем «Фотометрия». Установить параметры:

- в меню «Режим» установить время усреднения «Очень большое, 2.0» и нажать кнопку «Применить»;
- в поле ввода «Щель, нм» – «2» нм;
- в таблице «Результаты контроля» нажать кнопку «Ноль»;
- установить поочередно светофильтры, нажимая на соответствующие наименование светофильтра в таблице «Результаты контроля».

7.3.5.1.4 Определить абсолютную погрешность при измерении оптической плотности светофильтра С1 $\tilde{\Delta D}$, Б, на каждой заданной длине волны по формуле

$$\tilde{\Delta D} = D_{\text{изм},i} - D, \quad (13)$$

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

D – действительное значение оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, указанное в свидетельстве о поверке, Б.

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

$$\Delta_p D = \pm(0,009 + 0,05 \cdot D) \quad (14)$$

7.3.5.1.6 Выполнить операции согласно п.7.3.5.1.3 – 7.3.5.1.4 десять раз.

7.3.5.1.7 Определить СКО при измерении оптической плотности светофильтра С1 $\tilde{\sigma}[\Delta D]$, Б, на каждой заданной длине волны, по формуле

$$\tilde{\sigma}[\Delta D] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta D_i - \tilde{\Delta}_s D)^2}{n-1}}; \quad (15)$$

$$\tilde{\Delta}_s D = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta D_i, \quad (16)$$

где n – количество измерений, $n = 10$;

$\tilde{\Delta}_s D$ – значение систематической составляющей абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, Б.

7.3.5.1.8 Вычислить пределы допускаемого СКО при измерении оптической плотности светофильтра С1 $\sigma_p[\Delta D]$, Б, на каждой заданной длине волны по формуле

$$\sigma_p[\Delta D] = 0,002 + 0,015 \cdot D. \quad (17)$$

7.3.3.1.9 Измерить оптическую плотность остальных светофильтров С2...С6 на заданных длинах волн. Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta D}$ и СКО $\tilde{\sigma}[\Delta D]$, а также вычислить пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta_p D$ и пределы допускаемого СКО $\sigma_p[\Delta D]$, согласно п.7.3.5.1.4 – 7.3.5.1.8.

Результаты считаются положительными, если все значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta D}$ и СКО $\tilde{\sigma}[\Delta D]$ при измерении оптической плотности, соответствуют значениям, указанным в приложении А.

7.3.6 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра

7.3.6.1 Для определения уровня мешающего излучения используется светофильтр ЖС-4 и С3 из комплекта светофильтров КСС-04 на длинах волн 250 и 340 нм.

7.3.6.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «РН» и закрыть крышку кюветного отделения.

В строке меню Главного окна программы выбрать закладку «Фотометрия» и в появившемся диалоговом окне выбрать «Фотометрия РН» режим «Пропускание». Далее установить параметры измерения: вручную добавить длины волн 250 и 340, значение «Время усреднения» - «очень большое, 2.0» «Количество измерений» - «5», «Щель» - «2».

7.3.6.3 Измерить нулевые значения, нажав кнопку «Ноль».

7.3.6.4 Открыть крышку кюветного отделения прибора. Установить в кюветное отделение светофильтр С3. Закрыть крышку кюветного отделения. Измерить коэффициент пропускания светофильтра С3, нажав кнопку «Старт». После проведения измерения достать светофильтр из кюветного отделения.

7.3.6.5 Открыть крышку кюветного отделения прибора. Установить в кюветное отделение светофильтр ЖС-4. Закрыть крышку кюветного отделения. Измерить коэффициент пропускания светофильтра ЖС-4, нажав кнопку «Старт». После проведения измерения достать светофильтр из кюветного отделения.

7.3.6.6 Определить среднее арифметическое значение $\bar{T}_{ЖС-4}(\bar{T}_{С3})$ коэффициента пропускания светофильтра на заданной длине волны по формуле

$$\bar{T}_{ЖС-4(С3)} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n T_i, \quad (18)$$

где T_i – i-е измеренное значение коэффициента пропускания светофильтра ЖС-4(С3) на заданной длине волны, %;
 n – количество измерений, $n = 3$.

7.3.6.7 Определить значение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра на заданной длине волны SL по формуле

$$SL = \frac{\bar{T}_{С3} \cdot \bar{T}_{ЖС-4}}{100} \quad (19)$$

7.3.6.8 Результаты считаются положительными, если значение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра соответствует значению, указанному в приложении А.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки заносят в протокол, форма которого приведена в приложении Б.

8.2 При положительных результатах поверки спектрофлуориметра на него наносят знак поверки и (или) выдают свидетельство о поверке:

- для спектрофлуориметров, применяемых при измерениях в сфере законодательной метрологии, по форме, установленной [3];

- для спектрофлуориметров, применяемых при измерениях вне сферы законодательной метрологии, по форме, установленной в ТКП 8.007.

8.3 При отрицательных результатах первичной поверки спектрофлуориметра выдают заключение о непригодности:

- для спектрофлуориметров, применяемых при измерениях в сфере законодательной метрологии, по форме, установленной [3];

- для спектрофлуориметров, применяемых при измерениях вне сферы законодательной метрологии, по форме, установленной в ТКП 8.007.

При отрицательных результатах последующей поверки спектрофлуориметра выдают заключение о непригодности:

- для спектрофлуориметров, применяемых при измерениях в сфере законодательной метрологии, по форме, установленной [3];

- для спектрофлуориметров, применяемых при измерениях вне сферы законодательной метрологии, по форме, установленной в ТКП 8.007.

Ранее нанесенный знак поверки подлежит уничтожению путем приведения его в состояние, непригодное для дальнейшего применения, предыдущее свидетельство о поверке прекращает свое действие.

Приложение А
(справочное)

Обязательные метрологические требования к спектрофлуориметру

Обязательные метрологические требования к спектрофлуориметру должны соответствовать значениям, приведенным в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование параметра, единицы измерения	Значение
1	2
Диапазон воспроизведения температуры, °С	от 20 до 50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения температуры в термостатируемом держателе кювет в диапазоне свыше 25 °С до 40 °С включительно, °С	$\pm 0,5$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения температуры в термостатируемом держателе кювет в диапазоне от 20 °С до 25 °С включительно; свыше 40 °С до 50 °С включительно, °С	$\pm 1,0$
Дрейф сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра, %	$\pm 5,0$
Спектральный диапазон измерений в режиме спектрофлуориметра, нм	от 220 до 820
Спектральный диапазон в режиме спектрофотометра, нм	от 220 до 1000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения, нм	$\pm 2,0$
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения установки заданной длины волны монохроматора возбуждения, нм	0,2
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки заданной длины волны монохроматора регистрации, нм	$\pm 1,0$
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения установки заданной длины волны монохроматора регистрации, нм	0,2
Диапазон измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра, мг/дм ³	от 0,02 до 8,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра в диапазоне от 0,02 до 0,20 мг/дм ³ включительно, мг/дм ³	$\pm 0,04$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра в диапазоне свыше 0,2 мг/дм ³ , мг/дм ³	$\pm(0,004 + 0,2 \cdot C)$
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра, мг/дм ³	$0,001 + 0,05 \cdot C$
Диапазон измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра, Б	от 0 до 2,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра, Б	$\pm(0,009 + 0,05 \cdot D)$
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра, Б	$0,002 + 0,015 \cdot D$

Продолжение таблицы А.1

1	2
Уровень мешающего излучения в режиме спектрофотометра на длине волны 250 нм, %, не более	0,5
Уровень мешающего излучения в режиме спектрофотометра на длине волны 340 нм, %, не более	0,05

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

наименование организации, проводящей поверку

Протокол № _____

поверки Спектрофлуориметр
наименование средства измерений

тип СМ 2203

№ _____

принадлежащего _____
наименование организации

Изготовитель _____
наименование

Место проведение поверки _____
наименование организации

Дата проведения поверки _____
с.....по

Поверка проводится по _____
обозначение документ, по которому проводится поверка

Средства поверки:

Таблица 1

Наименование средства измерений, тип	Заводской номер

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____
- относительная влажность воздуха _____

Результаты поверки

1 Внешний осмотр: _____
(соответствует/не соответствует)

2 Опробование _____
(соответствует/не соответствует)

2.1 Проверка работоспособности. Идентификация программного обеспечения: _____
(соответствует/не соответствует)

3 Определение метрологических характеристик

3.1 Определение абсолютной погрешности воспроизведения температуры в термостатируемом держателе кювет

Таблица 2

Установленное значение температуры в термостатируемом держателе кювет, $t_{уст}, ^\circ\text{C}$	i-е измеренное значение температуры термометром в термостатируемом держателе кювет, $t_{изм i}, ^\circ\text{C}$	Абсолютная погрешность воспроизведения температуры $\Delta t_i, ^\circ\text{C}$	Допускаемое отклонение абсолютной погрешности воспроизведения температуры, $^\circ\text{C}$	Заключение о соответствии

3.2 Проверка дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра

Таблица 3

i-е измеренное значения сигнала люминесценции белой бумаги I_i , отн. ед.	Среднее арифметическое значение сигнала люминесценции белой бумаги, $\bar{I}$, отн. ед.	Максимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги, $I_{\max}$, отн. ед.	Минимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги, $I_{\min}$, отн. ед.	Верхнее значение дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, $\delta_{\text{в}}$, %	Нижнее значение дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, $\delta_{\text{н}}$, %	Допускаемое значение дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра, %	Заключение о соответствии

3.3 Проверка спектрального диапазона измерений

(соответствует/не соответствует)

3.3.1 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) установки заданной длины волны монохроматора возбуждения

Таблица 4

Длина волны максимума поглощения, указанная в свидетельстве о поверке светофильтра С7, λ , нм	i-е измеренное значение длины волны максимума поглощения светофильтра С7, $\lambda_{\text{изм},i}$, нм	Абсолютная погрешность установки заданной длины волны, $\Delta\lambda_i$, нм	Допускаемое значение абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм	СКО установки заданной длины волны, $\sigma[\Delta\lambda]$, нм	Допускаемое значение СКО установки заданной длины волны, нм

3.3.2 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) установки заданной длины волны монохроматора регистрации

Таблица 5

Длина волны максимума излучения лампы ДРГС, соответствующая линии излучения Hg, λ , нм	i-е измеренное значение длины волны максимума излучения лампы ДРГС, $\lambda_{\text{изм},i}$, нм	Абсолютная погрешность установки заданной длины волны, $\Delta\lambda_i$, нм	Допускаемое значение абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм	СКО установки заданной длины волны, $\sigma[\Delta\lambda]$, нм	Допускаемое значение СКО установки заданной длины волны, нм

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

(соответствует/не соответствует)

3.4.1 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

Таблица 6

Действительное значение массовой концентрации фенола в воде, C , мг/дм ³	Измеренное значение массовой концентрации фенола в воде, $C_{\text{изм}}$, мг/дм ³	Абсолютная погрешность при измерении массовой концентрации фенола в воде, ΔC , мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, $\Delta_p C$, мг/дм ³	СКО при измерении массовой концентрации фенола в воде, $\sigma[\Delta C]$, мг/дм ³	Пределы допускаемого СКО при измерении массовой концентрации фенола в воде, $\sigma_p[\Delta C]$, мг/дм ³

3.5 Проверка диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра

(соответствует/не соответствует)

3.5.1 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра

Таблица 7

Действительное значение оптической плотности светофильтра на заданной длине волны, указанное в свидетельстве о поверке D , Б	i -е измеренное значение оптической плотности светофильтра на заданной длине волны, $D_{изм,i}$, Б	Абсолютная погрешность при измерении оптической плотности светофильтра на заданной длине волны, $\tilde{\Delta}D$, Б	Предел допускаемой абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра на заданной длине волны, $\Delta_p D$, Б	СКО при измерении оптической плотности светофильтра на заданной длине волны, $\tilde{\sigma}[\Delta D]$, Б	Предел допускаемого СКО при измерении оптической плотности светофильтра на заданной длине волны, $\sigma_p[\Delta D]$, Б
Светофильтр С1					

3.6 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра

Таблица 8

i -е измеренное значение коэффициента пропускания светофильтра ЖС-4 на заданной длине волны, T_i , %	Среднее арифметическое значение коэффициента пропускания светофильтра на заданной длине волны, $\bar{T}_{ЖС-4}$, %	i -е измеренное значение коэффициента пропускания светофильтра С3 на заданной длине волны, T_i , %	Среднее арифметическое значение коэффициента пропускания светофильтра на заданной длине волны, $\bar{T}_{С3}$, %	Значение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра на заданной длине волны, SL , %	Допускаемое значение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра на заданной длине волны, %, не более

Заключение: _____
соответствует / не соответствует

Выдано свидетельство о поверке (заключение о непригодности) № _____

Знак поверки: _____

Поверку провел: _____
должность подпись расшифровка подписи

Приложение В (обязательное)

Методика приготовления поверочных растворов фенола

В.1 Назначение

Настоящая методика предназначена для приготовления поверочных растворов фенола в воде с массовыми концентрациями 0,02; 0,05; 0,2; 1,0; 5,0 и 8,0 мг/дм³ для определения абсолютной погрешности и СКО при измерении массовой концентрации фенола в воде.

В.2 Реактивы, материалы и средства измерений, используемые для приготовления поверочных растворов

В.2.1 Средства измерений

Средства измерений, необходимые для приготовления поверочных растворов, указаны в таблице В.1.

Таблица В.1 – Средства измерений

Наименование средства измерений	Метрологические характеристики
Колбы мерные по ГОСТ 1770	2-100-2
Пипетки по ГОСТ 29169	2-2-1; 2-2-5; 2-2-10; 2-2-20; 2-2-25; 2-2-50
Стакан по ГОСТ 25336	Н-1-100
Примечание – Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены (калиброваны) в установленные сроки	

В.2.2 Вспомогательные устройства и материалы

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709-72

В.2.3 Реактивы

ГСО состава раствора фенола

ГСО РБ 1905-2015

относительная погрешность аттестованного значения ГСО 1 %
при доверительной вероятности 0,95

В.3 Требования безопасности

По степени воздействия на организм человека, растворы фенола в воде отнесены ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

При приготовлении растворов следует соблюдать меры предосторожности.

В.4 Требования к квалификации

К выполнению работ по приготовлению растворов в соответствии с настоящей методикой и к обслуживанию применяемых средств измерений допускаются лица, прошедшие производственное обучение и инструктаж по технике безопасности.

В.5 Приготовление растворов

В.5.1 Общие указания

Государственный стандартный образец состава раствора фенола (далее – ГСО фенола), необходимый для приготовления поверочных растворов, находится в запаянной маркированной стеклянной ампуле. Объем ГСО фенола в ампуле составляет не менее 1,0 см³.

Примечание – Не допускаются к использованию ампулы ГСО фенола с наружными повреждениями. Ампулу с ГСО фенола вскрывают непосредственно перед использованием, после вскрытия – хранению не подлежит.

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.

Приготовление поверочных растворов следует осуществлять в помещении при температуре окружающего воздуха от плюс 15 °С до плюс 25 °С, а использовать – при температуре от плюс 18 °С до плюс 22 °С.

В.5.2 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³

Взять ампулу ГСО фенола и отобрать с помощью пипетки 1 см³ объем, равный 0,8 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.5.3 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 5,0 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ отобрать с помощью пипеток (5, 10 и 50 см³) объем, равный 62,5 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.5.4 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 5,0 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 20 см³ объем, равный 20,0 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.5.5 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,2 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 20 см³ объем, равный 20,0 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.5.6 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 0,2 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 25 см³ объем, равный 25,0 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.5.7 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 20 см³ объем, равный 40,0 см³, и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.6 Хранение растворов

Поверочные растворы хранят в плотно закрытых колбах при температуре от плюс 18 °С до плюс 22 °С не более 8 ч. На каждой колбе должно быть указано наименование раствора, дата приготовления и срок годности.

Приложение Г
(обязательное)

Расчет погрешности приготовления поверочных растворов фенола

При расчете погрешности приготовления поверочных растворов учитывались погрешности ГСО фенола и мерной посуды, приведенных в таблицах Г.1 и Г.2.

Таблица Г.1 – Пипетки по ГОСТ 29169

Номинальная вместимость, см ³	Допускаемая погрешность, см ³
5	±0,03
10	±0,04
20	±0,06
25	±0,06
50	±0,10

Таблица Г.2 – Колбы мерные по ГОСТ 1770

Номинальная вместимость, см ³	Допускаемая погрешность, см ³
100	0,2

Массовую концентрацию фенола в приготовленных растворах C_j , мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где C_i – массовая концентрация фенола в исходном растворе, мг/дм³;
 V_i – объем раствора с массовой концентрацией C_i , взятый для приготовления данного раствора, см³;
 V_j – объем приготовленного поверочного раствора, см³.

Относительную погрешность приготовления поверочного раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ Θ_j , %, вычисляют по формуле

$$\Theta_j = \sqrt{\Theta_{oi}^2 + \Theta_{vi}^2 + \Theta_{vj}^2}, \quad (\text{Г.2})$$

где Θ_{oi} – относительная погрешность аттестованного значения ГСО, %;
 Θ_{vi} – относительная погрешность измерения объема V_i при помощи пипетки, %;
 Θ_{vj} – относительная погрешность измерения объема V_j при помощи мерной колбы, %.

Относительную погрешность приготовления остальных поверочных растворов Θ_j , %, вычисляют по формуле

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

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

Относительную погрешность измерения объема $\Theta_{vi}(\Theta_{vj})$, %, вычисляют по формуле

$$\Theta_{vi(vj)} = \frac{\Delta V_{vi(vj)}}{V_{vi(vj)}} \cdot 100, \quad (\text{Г.4})$$

где $\Delta V_{vi(vj)}$ – допускаемая погрешность от номинальной вместимости, см³;
 $V_{vi(vj)}$ – объем исходного или приготовленного поверочного раствора, см³.

Результаты расчета относительной погрешности приготовления поверочных растворов приведены в таблице Г.3.

Таблица Г.3 – Результаты расчета относительной погрешности приготовления поверочных растворов

Номер поверочного раствора	Массовая концентрация фенола, мг/дм ³	Относительная погрешность, %
1	8,0	1,2
2	5,0	1,4
3	1,0	1,4
4	0,2	1,4
5	0,05	1,4
6	0,02	1,5

Библиография

- [1] ТУ 5438-094-00279404-00 Бумага для офисной техники
- [2] СИДТ 2.851.054 РЭ Спектрофлуориметр СМ 2203. Руководство по эксплуатации
- [3] Правила осуществления метрологической оценки в виде работ по государственной поверке средств измерений, утвержденные постановлением Госстандарта от 21 апреля 2021 г. № 40

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

[illegible]