

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»

М. п.



К.В. Гоголинский
«28» сентября 2017 г.

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ДИРЕКТОРА
Е. П. КРИВЦОВ
ДОВЕРЕННОСТЬ №14
25 ЯНВАРЯ 2017 Г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры Cary 60 UV-Vis

Методика поверки

МП-242-2167-2017

Зам. руководителя отдела Госэталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

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

М.А. Мешалкин

г. Санкт-Петербург
2017

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры Cary 60 UV-Vis и устанавливает методы и средства их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	п.6.1	да	да
2.	Опробование	п. 6.2	да	да
3.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик:	п. 6.4	да	да
5.	Определение абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания (ΔT)	п. 6.4.1	да	да
6.	Определение абсолютной погрешности установки длин волн ($\Delta \lambda$)	п. 6.4.2	да	да
7.	Определение уровня рассеянного света	п. 6.4.3	да	нет
8.	Определение спектральной ширины щели	п. 6.4.4	да	нет

При проведении периодической поверки спектрофотометров, используемых для измерений в определенном спектральном диапазоне (если в работе используется не весь спектральный диапазон), допускается поверка только в этом рабочем диапазоне с указанием проверенного диапазона в свидетельстве о поверке.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.4.1	Комплект светофильтров КС-105	Погрешность определения коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5\%$

Таблица 2 (продолжение)

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
2.	6.4.2	Комплект светофильтров КС-105	Погрешность определения положения минимумов коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5$ нм
3.	6.4.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
4.	6.4.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
5.	6.4.4	Гексан	ТУ 2631-003-05807999-98 кв. "ХЧ"
6.	6.4.4	Толуол	ГСО 7814-2000 или по ТУ 2631 -065-44493179-01 кв. "ОСЧ"
7.	6.4.4	Колба мерная 2(4)-50-2	ГОСТ 1770-74
8.	6.4.4	Пипетка вместимостью 0,5 см ³	ГОСТ 29227-91
9.	3.1	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76
10.	3.1	Термогигрометр	Диапазон измерений относит. влажности от 0 до 100 %, абсл. погрешность не более $\pm 3\%$. Диапазон измерений температуры от 0 до 30 °С, погрешность не более ± 1 °С.

2.1. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

2.2. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220^{+22}_{-33}) В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

Напряжение должно быть устойчивым и свободным от скачков.

Установка и подготовка спектрофотометров к поверке и выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие руководство по эксплуатации поверяемого спектрометра и методику его поверки; при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (в части работы с программой и съема данных).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр. При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность дисплея и органов управления;

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование прибора (самотестирование) осуществляется автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестов на экране прибора или компьютера появляется главное окно программы управления прибором. В противном случае на экран выводится сообщение об ошибке.

В случае успешного прохождения тестов осуществить прогрев прибора в течение 60 минут.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1. Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» (Помощь). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» (О программе), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана приведена на рисунке 1.

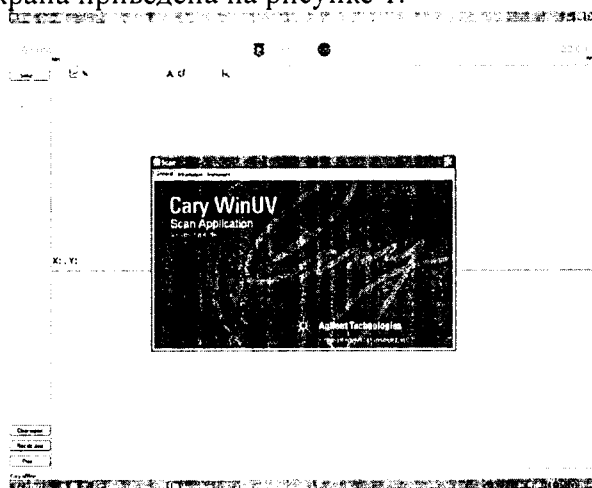


Рисунок 1 - Окно с идентификационными данными программы Cary WinUV.

6.3.2 Версия должна быть не ниже 5.0

6.4. Определение метрологических характеристик

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

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

6.4.1.2. В соответствии с указаниями руководства по эксплуатации поверяемого спектрофотометра измерить коэффициенты пропускания первого светофильтра на длинах волн, которые указаны в свидетельстве о поверке для данного комплекта светофильтров. Провести измерение 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- а) Найти разность между измеренными и действительными значениями¹ коэффициента пропускания по формуле:

$$\Delta T_{ij} = T_{ij} - T_{aj} \quad (1)$$

где: T_{ij} - i -ое измеренное значение коэффициента пропускания на j -ой длине волны;

T_{aj} - действительное значение коэффициента пропускания образцового светофильтра на j -ой длине волны, указанное в свидетельстве о поверке.

- б) Повторить операции, указанные в пункте 6.4.1.2 и подпункте (а) настоящей Методики поверки для всех остальных светофильтров из используемого комплекта.
- с) За абсолютную погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по подпункту (б) пункта 6.4.1.1:

$$\Delta T = \Delta T_{ij \text{ MAX}} \quad (2)$$

- д) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.1, если значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышают $\pm 1,0\%$.

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

6.4.2.1. Установить в кюветное отделение светофильтр ПС-7. Провести измерения коэффициента пропускания в окрестностях линий поглощения, минимумы которых ($\lambda_{\text{мин}}$) указаны в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров. Измерения проводить с минимальным шагом, который позволяет спектрофотометр, в диапазоне длин волн $\lambda_{\text{мин}} \pm 5$ нм.

Провести измерения 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- а) Найти разность между измеренными и действительными значениями длин волн максимумов полос поглощения по формуле:

$$\Delta \lambda_j = \lambda_j - \lambda_{ja}$$

¹ Указаны в Свидетельстве о поверке светофильтров.

где λ_j — измеренное значение длины волны j -ого максимума полосы поглощения,

λ_{ja} — действительное значение длины волны j -ого максимума полосы поглощения, указанное в свидетельстве о поверке.

б) Абсолютная погрешность установки длин волн равна максимальному значению из вычисленных по п.п. (а) пункта 6.4.2 настоящей методики:

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

с) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.2, если полученное в пункте б значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 1,0$ нм.

6.4.3. Определение уровня рассеянного света

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

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

б) Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 370 нм. Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.3, если измеренные значения коэффициента пропускания не превышают 0,05 %.

6.4.4. Определение спектральной ширины щели

а) Установить в прибор кювету заполненную контрольным раствором толуола в гексане (объемная доля толуола 0,02 %).

б) Построить спектр поглощения² в области 258 -276 нм (в единицах оптической плотности).

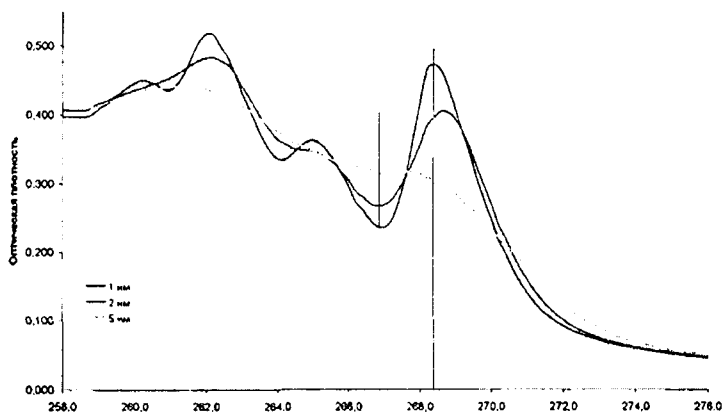


Рисунок 1 – Спектр поглощения раствора толуола в гексане.

с) Определить отношение оптических плотностей в точке максимума (близкой к 269 нм) и оптической плотности в точке минимума (близкой к 266 нм).

Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.4, если отношение, вычисленное в п. (с) пункта 6.4.4 не менее 1,2.

² Ориентировочный вид спектра показан на рис. 1.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрофотометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

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

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
(обязательное)

Методика приготовления контрольного раствора толуола в гексане

В мерную колбу объемом 50 мл налить 20 мл гексана.

С помощью пипетки добавить в 1 мл толуола.

Долить колбу гексаном до метки. Раствор перемешать.

Полученный раствор (№1) будет содержать объемную долю толуола 2 %.

В мерную колбу объемом 50 мл налить 20 мл гексана и добавить в него 0,5 мл раствора №1.

Долить колбу до метки. Полученный раствор будет содержать 0,02 % толуола.