

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ФГУП

«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

**ЗАМЕСТИТЕЛЬ
ГЕНЕРАЛЬНОГО ДИРЕКТОРА
ЧЕКИРДА К. В.
ДОВЕРЕННОСТЬ № 18
ОТ 30 ЯНВАРЯ 2020**

А.Н. Пронин

М.п. «16» декабря 2019 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Спектрофотометры Cary 3500 Uv-Vis

**Методика поверки
МП 242-2358-2019**

Заместитель руководителя отдела
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

А.В. Колобова

Инженер 1 кат.
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

Л.А. Ерофеевская

г. Санкт-Петербург
2019

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры Cary 3500 UV-Vis, выпускаемые «Agilent Technologies, Inc.», США, «Agilent Technologies LDA Sdn Bhd.», Малайзия и предназначенные для измерений коэффициента направленного пропускания или оптической плотности твердых и жидких проб различного происхождения и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза на территорию РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики 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 ПО	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. 6.4.4	да	нет

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

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3.	Комплект светофильтров КС-105	ТУ 4434-138-07502348-2001 рег. № 22054-16
2.	6.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
3.	6.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
4.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90
5.	4.1	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 рег. №10069-01

- 2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, метрологические характеристики которых не хуже указанных.
- 2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а химические реактивы должны иметь действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

- 3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте – РЭ) спектрофотометров.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|--|-------------------------------|
| диапазон температуры окружающей среды | $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$; |
| диапазон относительной влажности воздуха | от 45 до 80 %; |

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) перед проведением поверки спектрофотометры следует выдержать при температуре поверки в течение не менее двух часов;
- 2) поверяемые спектрофотометры должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности спектрофотометров технической документации, входящей в комплект спектрофотометра;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрофотометров;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрофотометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

Опробование производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения проверки на экране появляется стартовое окно программы управления прибором. В противном случае на экране появляется сообщение об ошибке. Перед проведением измерений прибор необходимо прогреть не менее двух часов.

6.3. Подтверждение соответствия ПО

6.3.1 Подтверждение соответствия автономного и встроенного ПО

При загрузке ПО “Cary UV Workstation” всплывает окно с версией автономного ПО (см. Рисунок 1).

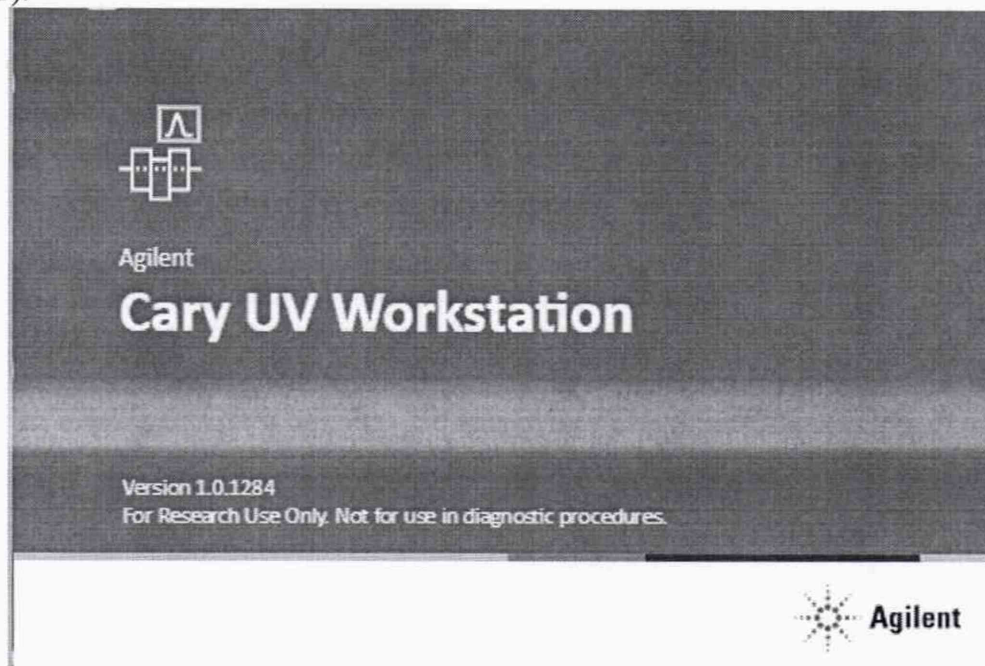


Рисунок 1. Окно с названием и номером версии автономного ПО



В основном меню ПО “Cary UV Workstation” щелкнуть мышью по команде  System health (System health), в открывшемся окне выбрать щелкнуть по значку  (System information), во всплывающем окне будет отражена информация о названии автономного ПО, а также номер версии автономного ПО (Software version) и встроенного ПО (Firmware version) (см. Рисунок 2).



Рисунок 2. Окно с идентификационными данными встроенного и автономного ПО спектрофотометра.

6.3.2. Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номера версий автономного и встроенного ПО соответствует указанным в Таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	Встроенное ПО спектрофотометров Cary 3500 Uv-Vis	Cary UV Workstation
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	7000	1.0.0000
Цифровой идентификатор ПО	-	-

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 поверке¹ для данного комплекта светофильтров. Провести измерение 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

а) Найти разность между измеренными и действительными значениями² коэффициента пропускания:

$$\Delta T_{ij} = T_{ij} - T_{aj}$$

где T_{ij} — i -ое измеренное значение коэффициента пропускания на j -ой длине волны;
 T_{aj} — действительное значение коэффициента пропускания образцового светофильтра на j -ой длине волны, указанное в свидетельстве о поверке.

- б) Последовательно повторить операции, указанные в п. 6.3.1.2 настоящей Методики поверки для остальных светофильтров входящих в комплект КС-105 (на длинах волн, указанных в свидетельстве о поверке светофильтров, попадающих в спектральный диапазон спектрофотометров).
- с) За абсолютную погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по п.п. (а) пункта 6.3.1.2:

$$\Delta T = \Delta T_{ij \text{ MAX}}$$

Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышает $\pm 1\%$.

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

6.4.2.1. Установить в кюветное отделение светофильтр ПС-7. Провести измерения коэф-

¹ В пределах спектрального диапазона поверяемого спектрофотометра.

² Указаны в свидетельстве о поверке светофильтров.

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:

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

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 6.3.2 настоящей методики:

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

- с) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.2, если полученное в пункте б значение абсолютной погрешности не превышает ± 1 нм.

6.4.3. Определение уровня рассеянного света

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

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

6.4.3.3. Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 340 нм.

6.4.3.4. Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.4, если измеренное значение коэффициента пропускания не превышает 0,007 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Спектрофотометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

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

7.5. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрофотометра и (или) на свидетельстве о поверке.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
(Рекомендуемо)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрофотометр модели _____

Зав.№ _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Документ, по которому проведена поверка

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

Средства поверки: _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты проверки общего функционирования _____
3. Результаты определения абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания ΔT _____
4. Результаты определения абсолютной погрешности шкалы установки длин волн $\Delta \lambda$ _____
5. Результаты определения уровня рассеянного света _____

Заключение _____

Поверитель _____

(подпись)