

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов
« 25 » декабря 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры двухлучевые
UV-2600i, UV-2700i, UV-3600i Plus, SolidSpec-3700i

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 009.Д4-20

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
« 25 » декабря 2019 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков
« 25 » декабря 2019 г.

Москва
2019 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры двухлучевые UV-2600i, UV-2700i, UV-3600i Plus, SolidSpec-3700i (далее – спектрофотометры), предназначенные для измерения спектрального коэффициента направленного пропускания исследуемых образцов различного происхождения в ультрафиолетовом, видимом и инфракрасном участках спектра, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции при поверке	
			первичной	периодической
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона измерений и абсолютной погрешности установки длины волны в спектральном диапазоне от 351 до 880 нм	8.4.1	Да	Да
		8.4.2	Да	Да
6	Определение диапазона и абсолютной погрешности при измерении спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)	8.4.2	Да	Да

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

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

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

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1 – 8.4.2	Рабочий эталон единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, оптической плотности, диффузного и зеркального отражений по ГПС «Государственная поверочная схема для средств измерений спектральных, интегральных, редуцированных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517 (далее – рабочий эталон)	<p>Диапазон значений спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП) от 0,02 до 0,92 абс.ед. в диапазоне длин волн от 260 до 2500 нм</p> <p>Пределы допускаемой относительной погрешности составляет \pm (от 0,2 до 0,5) %</p>

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

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации спектрофотометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 Спектрофотометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям поверки для легких физических работ.

5.2 При выполнении поверки должны соблюдаться требования по ГОСТ 12.1.019-2017, а также требования руководства по эксплуатации спектрофотометров.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от + 15 до + 25; |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 94 до 106. |

6.2 Спектрофотометры не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не устанавливайте их около окна.

6.3 Рядом со спектрофотометрами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Изучить руководство по эксплуатации спектрофотометров.

7.2 Выдержать спектрофотометр в течение 3 часов в условиях указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

7.3 Подключить спектрофотометр к источнику переменного тока при помощи шнура электропитания из его комплекта, присоединяемого к сетевому разъему спектрофотометра.

7.4 Подключить спектрофотометр к персональному компьютеру (ПК) с помощью USB разъема и кабеля USB из его комплекта.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрофотометра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрофотометра;
- соответствие комплектности спектрофотометра требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях спектрофотометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

8.1.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 Для включения спектрофотометра нажать сетевой выключатель в положение «I». На ПК запустить программное обеспечение двойным нажатием по ярлыку «LabSolutions UV-Vis», открывается окно запуска ПО «LabSolutions UV-Vis» (см. рисунок 1).



Рисунок 1 – Запуск ПО «LabSolutions UV-Vis»

Выбрать тип поверяемого спектрофотометра во вкладке «Environmental Settings» - «Instrument» - «Instrument Type» - «OK» (см. рисунок 2). Для открытия рабочего окна программы (см. рисунок 3), в окне запуска ПО «LabSolutions UV-Vis», выбрать «Spectrum».

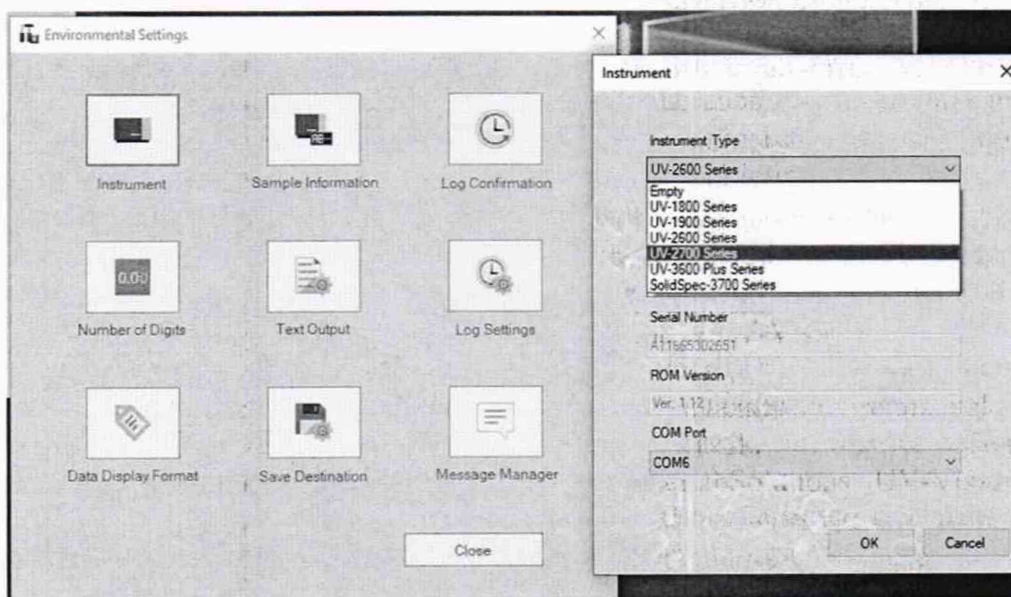


Рисунок 2 – Выбор типа спектрофотометра

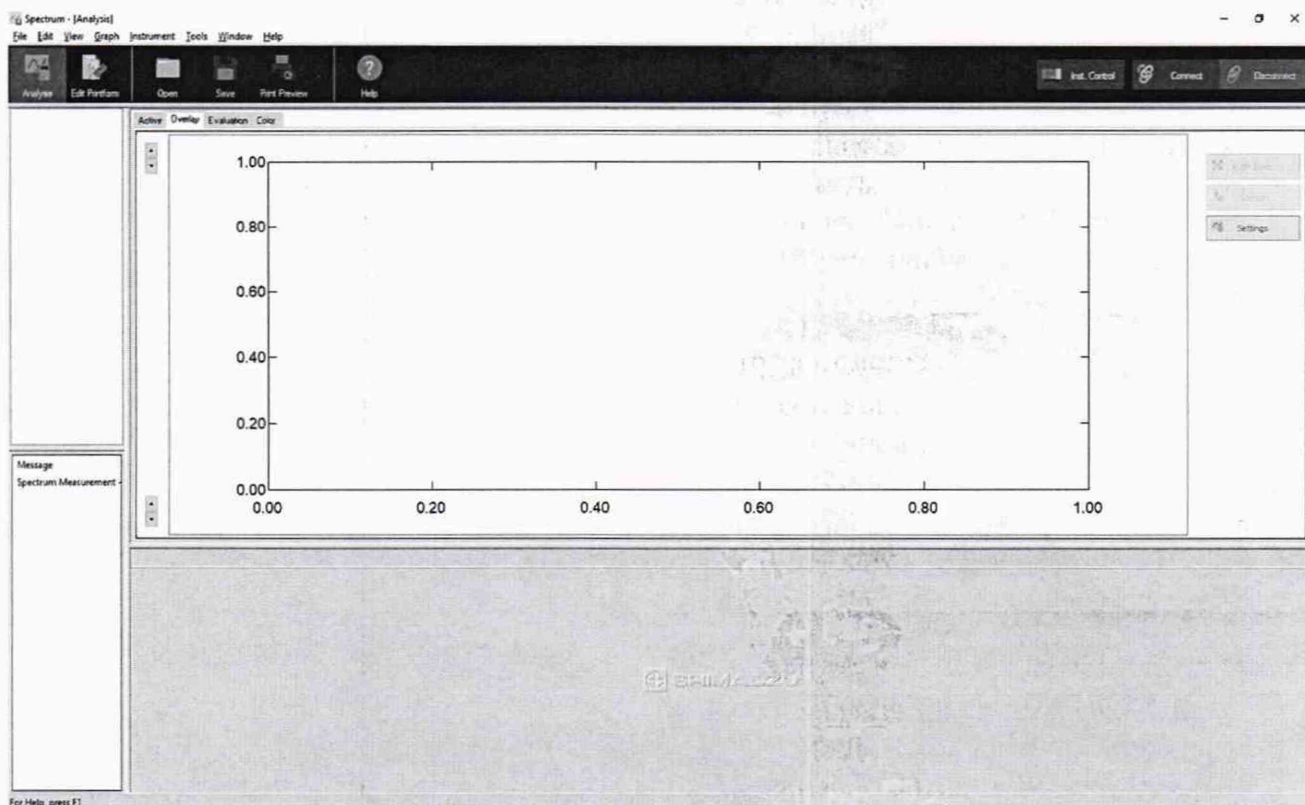


Рисунок 3 – Рабочее окно ПО

8.2.2 Когда электропитание спектрофотометра включено, разные части прибора проходят проверку и инициализацию. Операция инициализации занимает около двух минут. Во время данной операции отображается экран инициализации (см. рисунок 4)

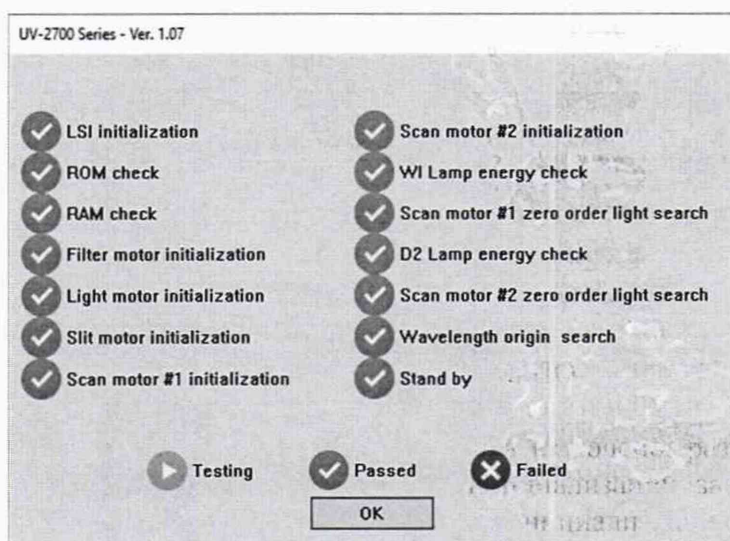



Рисунок 4 – Инициализация

8.2.3 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию проверки, если включение спектрофотометров прошло успешно, после инициализации около каждого пункта отображается значок .

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрофотометры.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения, установленного на ПК, необходимо в рабочем окне ПО выбрать вкладку «Help» (см. рисунок 2), затем раздел «Version Information». На рабочем окне отобразится наименование и номер версии ПО (см. рисунок 5).

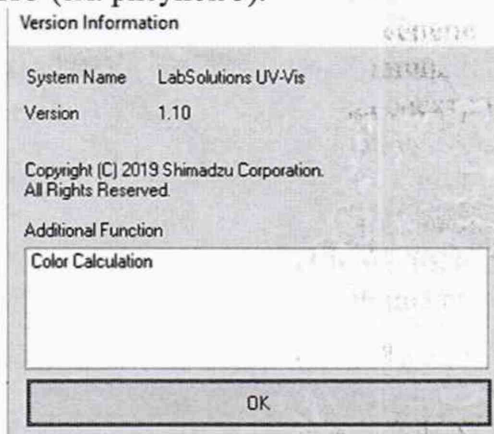


Рисунок 5 – Версия программного обеспечения

8.3.3 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions UV-Vis
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.03
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона измерений и абсолютной погрешности установки длины волны в спектральном диапазоне от 351 до 880 нм

8.4.1.1 Провести корректировку фонового сигнала, для этого в рабочем окне ПО выбрать вкладку «Analysis», в открывшемся окне нажать «Baseline» (см. рисунок 6). В появившемся окне «Baseline Correction Parameter» установить диапазон длин волн от 900 до 200 нм и нажать на кнопку «ОК» (см. рисунок 7)

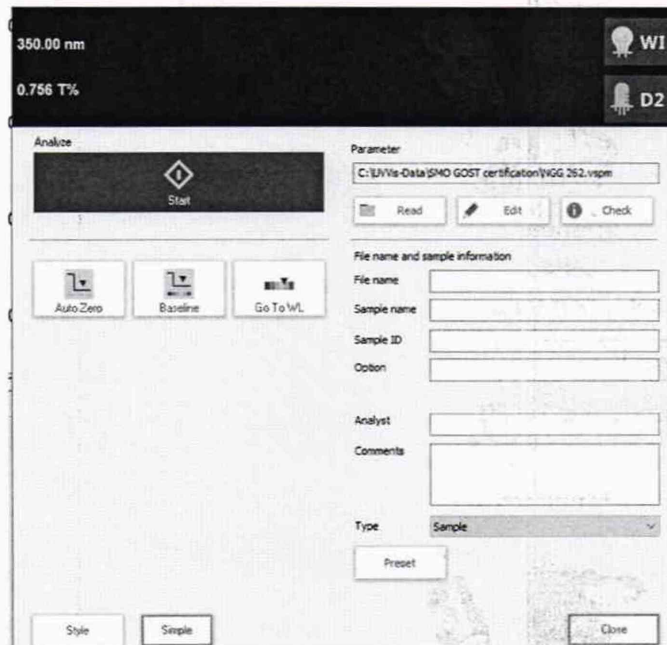


Рисунок 6 - Вкладка «Analysis»

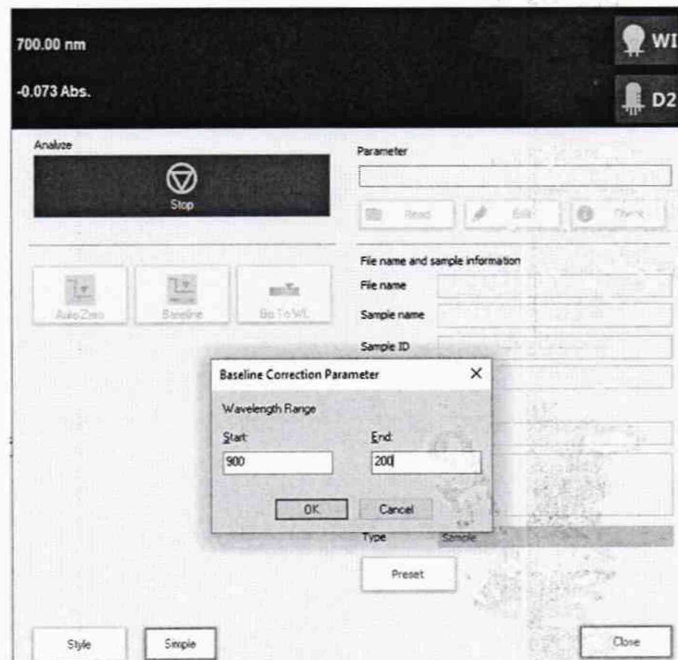


Рисунок 7 – Вкладка «Baseline Correction Parameter»

8.4.1.2 После окончания корректировки фонового сигнала открыть вкладку «Instrument» выбрать «Edit», в открывшемся окне «Parameters» (см. рисунок 8) установить метод измерений «Value type/Measurement type» - «Transmittance» (Пропускание). Установить «Start Wavelength» и «End Wavelength» ± 10 нм от значения длин волн максимумов полос спектра поглощения светофильтра из состава рабочего эталона; «Scan Speed» (Скорость сканирования) «Medium» (Средняя), шаг сканирования «Sampling Interval» 0,05 нм, повторяемость в разделе «Repeat»/«Repeat Measurement» в строке «Count» 3. Нажать кнопку «Advanced», установить спектральную ширину щели «Slit Width» 1 нм (см. рисунок 9). Во вкладке «Advanced» нажать на кнопку «OK».

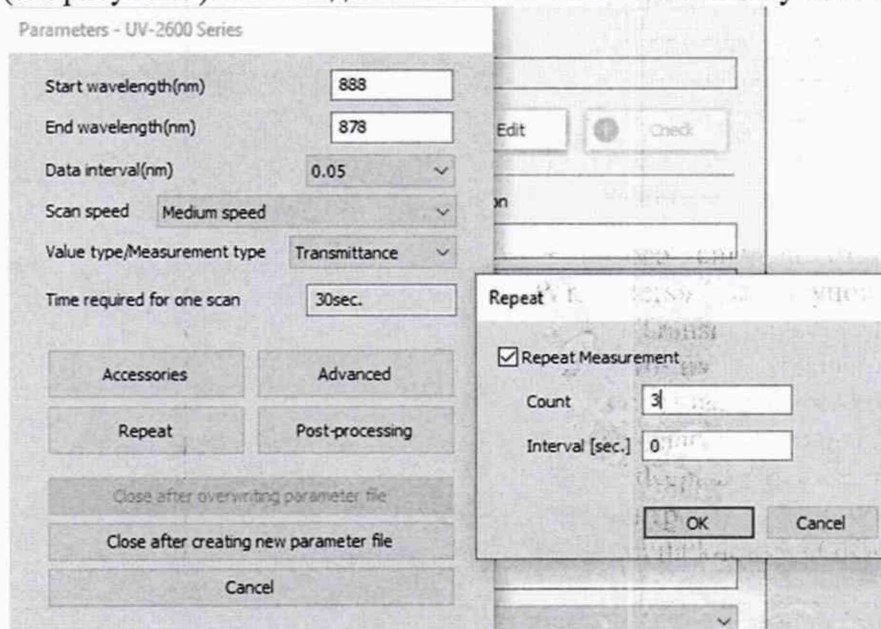


Рисунок 8 – Настройка параметров измерений

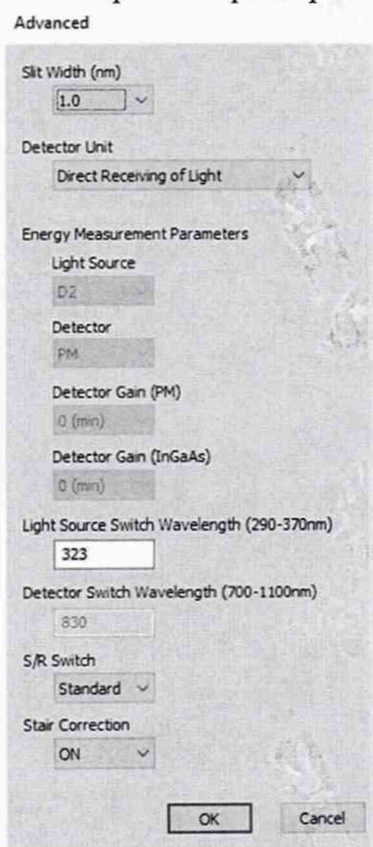


Рисунок 9

8.4.1.3 После установки всех параметров нажать на кнопку «OK». Открыть крышку кюветного отделения спектрофотометра и установить в держатель для

стандартных кювет с длиной оптического пути 10 мм светофильтр из состава рабочего эталона. Светофильтр устанавливается таким образом, чтобы световой луч от источника излучения спектрофотометра проходил через центр светофильтра.

8.4.1.4 Провести трехкратное сканирование спектра поглощения светофильтра, нажав на кнопку «Start».

8.4.1.5 Записать значения длин волн, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения. Номинальные значения длин волн максимумов полос поглощения светофильтра: (355 ± 5) ; (431 ± 5) ; (474 ± 5) ; (530 ± 5) ; (685 ± 5) ; (740 ± 5) ; (878 ± 5) нм. Для этого после завершения сканирования выбрать раздел «Peak» (см. рисунок 10).

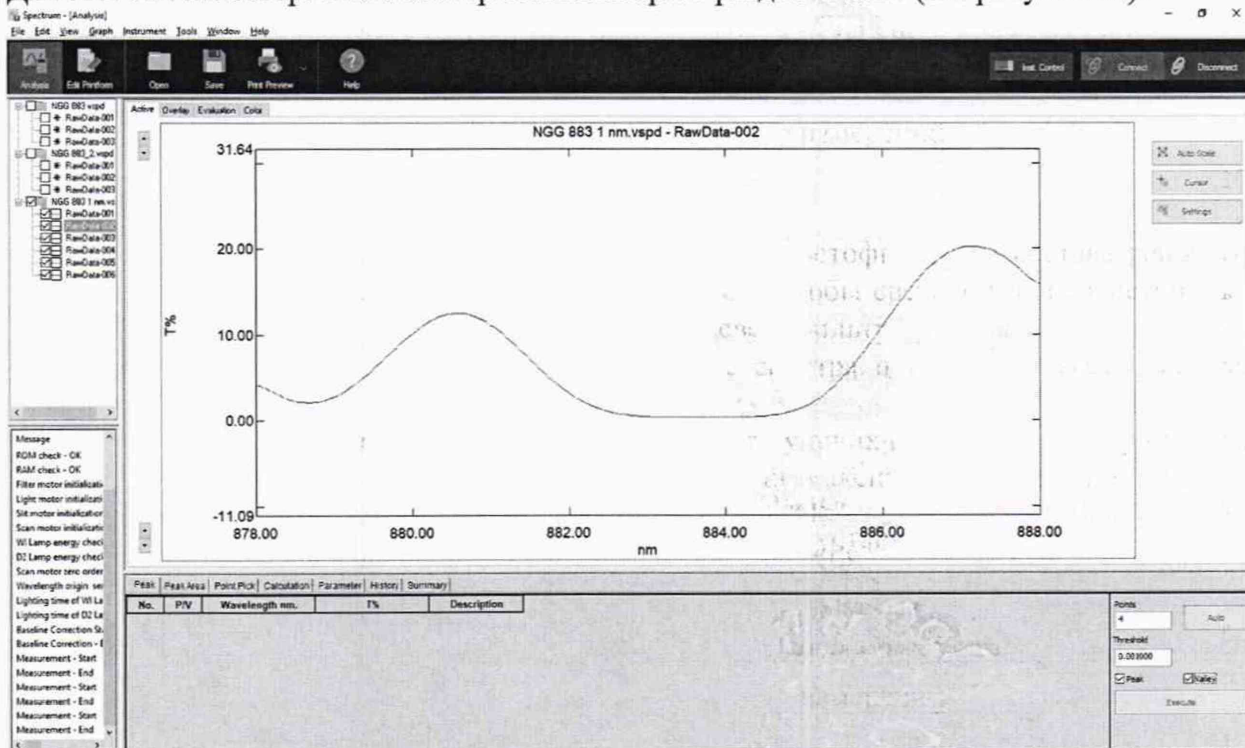


Рисунок 10 – Результаты измерений

8.4.1.6 Для каждого максимума полос поглощения полученного в п. 8.4.1.4 или 8.4.1.5 настоящей методики проверки производится расчет среднего арифметического значения длины волны, λ_{cp} , нм, по формуле (1).

$$\lambda_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n \lambda_i}{n}, \quad (1)$$

где λ_i – измеренное значение длины волны максимума полосы поглощения, нм;

n – число измерений.

8.4.1.7 Рассчитывают абсолютную погрешность установки длины волны спектрофотометров, Δ , нм, по формуле (2).

$$\Delta = \lambda_{amm} - \lambda_{cp}, \quad (2)$$

где λ_{amm} – значения длин волн максимумов полос спектра поглощения светофильтра из состава рабочего эталона, взятые из свидетельства о проверке, нм.

8.4.1.8 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения спектрального диапазона измерений соответствуют значениям, указанным в таблице 4, а значения абсолютной погрешности установки длины волны в спектральном диапазоне от 350,90 до 880,00 нм не превышают $\pm 1,0$ нм.

Таблица 4 – Значения спектрального диапазона измерений

Наименование характеристики	Значение				
	UV-2600i	UV-2700i	UV-3600i Plus	SolidSpec-3700i	SolidSpec-3700i DUV
Спектральный диапазон измерений ¹⁾ , нм	от 190 до 900	от 190 до 900	от 190 до 1100	от 240 до 1100	от 190 до 1100

¹⁾ Спектральный диапазон менее 351 нм и свыше 880 нм подтверждается линейностью источника излучения.

8.4.2 Определение диапазона и абсолютной погрешности при измерении спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)

Определение спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП) производится при помощи комплекта светофильтров из состава рабочего эталона (далее - светофильтров).

Для измерений СКНП применяют светофильтры обеспечивающие:

абсолютную погрешность $\pm 0,20$ % в диапазоне измерений СКНП от 2,0 до 20,0 % включительно в спектральном диапазоне от 400 до 850 нм;

абсолютную погрешность $\pm 0,25$ % в диапазоне измерений СКНП свыше 20,0 до 92,0 % в спектральном диапазоне от 400 до 850 нм;

абсолютную погрешность $\pm 0,50$ % в диапазоне измерений СКНП от 10 до 92 % в спектральном диапазоне от 250 до 2500 нм.

8.4.2.1 В окне запуска ПО «LabSolutions UV-Vis» (см. рисунок 1) нажать значок



«Photometric».

8.4.2.2 Провести корректировку фонового сигнала в соответствии с руководством по эксплуатации на спектрофотометры.

8.4.2.3 Установить настройки для проведения измерений значений спектрального коэффициента направленного пропускания в соответствии с руководством по эксплуатации на спектрофотометры. Применяется метод измерений «Transmittance» (Пропускание). В окне «Unknown Sample» установить повторяемость «Repeat Count» 5 и нажать клавишу «Ok». Измерения СКНП в УФ и видимой области проводят при спектральной ширине щели «Slit Width» 1 нм, в ближней ИК области при спектральной ширине щели «Slit Width» 2 нм.

8.4.2.4 В кюветное отделение поочередно устанавливают светофильтры обеспечивающие измерение СКНП в диапазоне от 1,0 до 92,0 %. Проводят пятикратное измерение СКНП каждого применяемого светофильтра.

8.4.2.5 Для начала измерений СКНП нажать кнопку «START». По завершении измерений на экран выводятся измеренные значения СКНП.

8.4.2.6 Рассчитать среднее арифметическое значение СКНП, \bar{T}_λ , %, для каждой измеренной длины волны по формуле (3).

$$\bar{T}_\lambda = \frac{\sum_{i=1}^n T_{\lambda i}}{n}, \quad (3)$$

где T_λ - значение СКНП, %;
 λ - длина волны, нм;
 n - число измерений;
 i - номер измерения.

8.4.2.7 Рассчитать среднее квадратическое отклонение значений СКНП, S , %, по формуле (4):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{\lambda i} - \bar{T}_\lambda)^2}{n-1}}, \quad (4)$$

8.4.2.8 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического значения СКНП, S_x , %, по формуле (5):

$$S_x = \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

8.4.2.9 Рассчитать доверительные границы случайной погрешности оценки СКНП, по формуле (6):

$$\varepsilon = t \cdot S_x, \quad (6)$$

где $t=2,776$ - коэффициент Стьюдента для $n=5$ и доверительной вероятности $P=0,95$.

8.4.2.10 Рассчитать среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности, %, по формуле (7):

$$S_\theta = \frac{\theta_\Sigma}{\sqrt{3}}, \quad (7)$$

где θ_Σ - в качестве неисключенной систематической погрешности (НСП) принимается абсолютная погрешность СКНП, взятая из свидетельства о поверке комплекта светофильтров, %;

8.4.2.11 Рассчитать абсолютную погрешность измерений СКНП, Δ , %, по формуле (8):

$$\Delta = K \cdot S_\Sigma, \quad (8)$$

где K - коэффициент, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и НСП, рассчитывается по формуле (9):

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_\Sigma}{S_x + S_\theta}, \quad (9)$$

S_Σ - суммарное среднее квадратическое отклонение оценки СКНП рассчитывают по формуле (10):

$$S_\Sigma = \sqrt{S_\theta^2 + S_x^2} \quad (10)$$

8.4.2.12 Спектрофотометры признаются прошедшими операцию поверки, если полученный диапазон измерений СКНП составляет от 1,0 до 92,0 %, а значение абсолютной погрешности при измерении СКНП не превышает $\pm 0,25$ % в диапазоне свыше 2,0 до 10,0 % включительно; $\pm 1,5$ % в диапазоне от 1,0 до 2,0 % включительно и свыше 10,0 до 92,0 %.

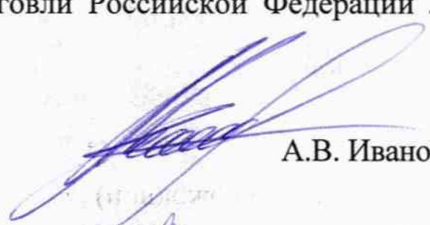
9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Спектрофотометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. На них выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

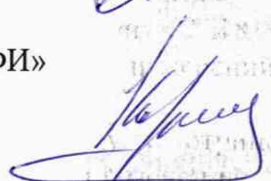
Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»


А.В. Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»


А.Н. Шобина

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»


В.А. Кормилицина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(Обязательное приложение)

к Методике поверки МП 009.Д4-20

«ГСИ. Спектрофотометры двухлучевые UV-2600i, UV-2700i,
UV-3600i Plus, SolidSpec-3700i. Методика поверки»**ПРОТОКОЛ****первичной / периодической поверки**

от « _____ » _____ 201_ года

Средство измерений: Спектрофотометры двухлучевые UV-2600i, UV-2700i,
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)UV-3600i Plus, SolidSpec-3700i (модификация SolidSpec-3700i или SolidSpec-3700i DUV)
то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)**Зав.№** _____ **№/№** _____
Заводские номера блоков**Принадлежащее** _____
Наименование юридического лица, ИНН**Поверено в соответствии с методикой поверки** МП 009.Д4-20 «ГСИ.
Спектрофотометры двухлучевые UV-2600i, UV-2700i, UV-3600i Plus, SolidSpec-3700i.
Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 25 декабря 2019 г.
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата**С применением эталонов** _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)**При следующих значениях влияющих факторов:**
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр: _____**Проверка идентификации программного обеспечения:**

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions UV-Vis
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.03

Опробование: _____**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Таблица А.2 – Результаты измерений метрологических характеристик

Характеристика	Результат	Требования методики поверки				
		UV-2600i	UV-2700i	UV-3600i Plus	SolidSpec-3700i	SolidSpec-3700i DUV
Спектральный диапазон измерений ¹⁾ , нм		от 190 до 900	от 190 до 900	от 190 до 1100	от 240 до 1100	от 190 до 1100
Пределы допустимой абсолютной погрешности установки длины волны в		± 1,0				

спектральном диапазоне от 351 до 880 нм, нм		
Диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП), %		от 1,0 до 92,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений СКНП, % в диапазоне св. 2,0 до 10,0 % включ. в диапазоне от 1,0 до 2,0 % включ. и св. 10,0 до 92,0 %		$\pm 0,25$ $\pm 1,5$
<p>1) Спектральный диапазон менее 351 и свыше 880 нм подтверждается линейностью источника излучения.</p>		

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

подписи, ФИО, должность