

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

21.01.2015 г.



Спектрофотометры SPECORD 50 PLUS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1817-2015

н.р. 60305-15

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Л.А. Конопелько

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


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры фирмы «Analytik Jena AG», Германия, 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

№ 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 (ΔT) при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания	п. 6.4.1	да	да
6.	Определение абсолютной погрешности установки длин волн ($\Delta \lambda$)	п. 6.4.2	да	да
7.	Определение спектральной ширины щели	п. 6.4.3	да	нет

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.	6.4.1	Комплект светофильтров КНС-10.2 или Комплект светофильтров КС-105	Погрешность определения коэффициентов пропускания не более $\pm 0,25\%$ в спектральном диапазоне от 400 до 750 нм и не более $\pm 0,5\%$ в остальном спектральном диапазоне
2.	6.4.2	Светофильтр НГГ из комплекта светофильтров КНС-10.2 или мера образцовая волновых чисел ТАС-1	Погрешность определения положения максимумов полос поглощения не более $\pm 0,25$ нм.
3.	6.4.3	Гексан	ТУ 2631-003-05807999-98 кв. "ХЧ"

4.	6.4.3	Голуол	ГСО 7814-2000 или по ТУ 2631 - 065- 44493179-01 кв. "ОСЧ"
5.	6.4.3	Колба мерная 2(4)-50-2	ГОСТ 1770-74
6.	6.4.3	Пипетка вместимостью 0,5 см ³	ГОСТ 29227-91
7.	6.2	Секундомер механический СОПр2А-3-221	ГОСТ 5072-79Е, 0-30 с, цена деления секундной шкалы 0,2 с.
8.	3.	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.
9.	3.	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76.
10.	3.	Психрометр аспирационный МБ-4М	ГОСТ 6353-52, диапазон измерения относительной влажности (10 - 100) %

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и 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.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

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

Напряжение должно быть устойчивым и свободным от скачков.

Установка и подготовка спектрофотометров к поверке, включение соединительных устройств, заземление, 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;
 - соответствие комплектности спектрофотометра технической документации;
 - надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Опробование.

6.2.1. Опробование прибора (самотестирование) осуществляется автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестов на экране 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.

а) Для внешней управляющей программы в окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде Помощь (Help). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке Информация (Info), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.



Рис. 1. Копия экрана с идентификационными данными ПО для внешней управляющей программы

б) Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО 4.2.0.0 или выше.

6.4. Определение метрологических характеристик.

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

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

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

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) Повторить операции, указанные в п. (а) пункта 6.4.1 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 п. (б) пункта 6.4.1:

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

д) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.1, если значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышают $\pm 0,5\%$ (в спектральном диапазоне от 400 до 750 нм) и $\pm 1,0\%$ (в остальном спектральном диапазоне).

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

Установить в кюветное отделение светофильтр НГГ из комплекта светофильтров КНС-10.2 или меру образцовую волновых чисел ТАС-1. Провести измерения оптической плотности в окрестностях линий поглощения, максимумы которых (λ_{MAX}) указаны в свидетельстве о поверке комплекта светофильтров. Измерения проводить с шагом не более 0,1 нм в диапазоне длин волн $\lambda_{\text{MAX}} \pm 5$ 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 светофильтра.

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

$$\Delta\lambda = \Delta\lambda_j \text{ MAX}$$

¹ Указаны в свидетельстве о поверке светофильтров

с) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.2, если полученное в пункте (b) значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 0,5$ нм.

6.4.3. Определение спектральной ширины щели.

а) Установить в прибор кювету, заполненную контрольным раствором толуола в гексане (объемная доля толуола 0,02 %). Построить спектр поглощения² в области 258 - 276 нм (в единицах оптической плотности).

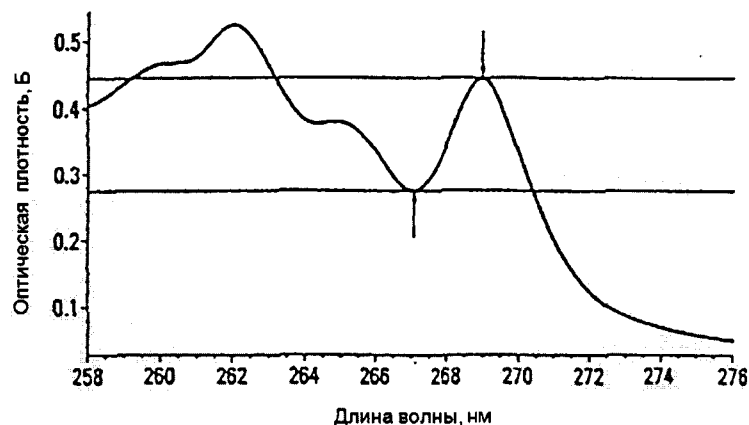


Рис. 2. Спектр поглощения раствора толуола в гексане

б) Определить отношение оптических плотностей в точке максимума (близкой к 269 нм) и оптической плотности в точке минимума (близкой к 267 нм).

с) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.4.3, если отношение (N), вычисленное в п. (b) пункта 6.4.3, не менее 1,4.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1).

7.2. В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке.

7.3. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности спектрометра

² Ориентировочный вид спектра показан на рис. 2.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Зав.№ _____
 Дата выпуска _____
 Дата поверки _____
 Наименование документа, по которому проведена поверка _____
 Средства поверки _____

№ свид-ва о поверке светофильтров _____, действительно до _____

Условия поверки:

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

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 установки длин волн $\Delta \lambda$ _____
5. Результаты определения уровня рассеянного света _____
6. Результат определения критерия разрешения _____

Заключение _____

Поверитель _____
 (подпись)

Методика приготовления контрольного раствора толуола в гексане

В мерную колбу объемом 50 мл налить приблизительно 20 мл гексана.

С помощью пипетки добавить 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 приблизительно 20 мл гексана и добавить в него 0,5 мл раствора №1. Долить колбу до метки. Полученный раствор будет содержать 0,02 % толуола.