

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ФГУП «УНИИМ»

В.В. Казанцев

" 29 " 08 2012 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

Спектрофотометры DR6000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 59-241-2012

Екатеринбург

2012

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** зам. директора ФГУП «УНИИМ» в августе 2012 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ	5
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование.	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	ОШИБКА! ЗАКЛАДКА НЕ ОПРЕДЕЛЕНА.
	ПРИЛОЖЕНИЕ В	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрофотометры DR6000 Методика поверки	МП 59-241-2012
---	-----------------------

Дата введения в действие: август 2012 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры DR6000 (далее - спектрофотометры) производства фирмы “HACH-LANGE” (Германия) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрофотометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

3 Операции и средства поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений коэффициентов направленного пропускания	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности установки длин волн	8.3.2	да	да

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
3.3 Проверка уровня рассеянного света	8.3.3	да	да
3.4 Проверка абсолютной погрешности при измерении оптической плотности в диапазоне от 0,01 до 0,5 Б вкл	8.3.4	да	да
3.5 Проверка относительной погрешности при измерении оптической плотности в диапазоне св. 0,5 до 2,0 Б	8.3.5	да	да
3.6 Проверка диапазонов измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности	8.3.6	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрофотометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- комплект светофильтров КНС-10.2 (диапазон длин волн 260 – 950 нм; диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (0,02 – 0,92) отн. ед; погрешность \pm (0,0015 – 0,0025) отн. ед.), диапазон измерений оптической плотности (0,0339 – 2,11) Б, отн. погрешность \pm 0,3 %.

- контрольный раствор йодида калия с массовой концентрацией 10 г/дм³.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0, требования НРБ-99/2009.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С

от 15 до 25

- относительная влажность воздуха, (при $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$), % не более 80

6.2 Спектрофотометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- спектрофотометры подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ);

7.2 Светофильтры, предусмотренные в качестве средств поверки, должны быть поверены и иметь свидетельство о поверке.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрофотометров;

- соответствие комплектности указанной в РЭ;

- четкость обозначений и маркировки;

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить спектрофотометр и проверить, что спектрофотометр проходит режим самодиагностики.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрофотометра. Номер версии ПО идентифицируется при включении спектрофотометров путем вывода на экран номера версии. Первые три цифры в номере версии ПО спектрофотометра должны соответствовать приведенной в таблице 2. Первые три цифры (1.01)- наименование программного обеспечения. Цифры в скобках, за исключением последней цифры – (x) версия ядра операционной системы, (y) версия драйвера, (z) версия языковых файлов, (a) версия звуков, (b) версия файлов используемых для обучения и помощи при работе с прибором, (c) версия драйвера принтера. Последняя цифра (1) – версия метрологической части программного обеспечения, ответственная за вычисления.

Таблица 2

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
1.01	DR6000	1.01 (x/y/z/a/b/c/1)	-	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания

Проверку абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания провести путем измерения коэффициентов пропускания повёрочных светофильтров, указанных в таблице 1 (с длинами волн, указанными в свидетельстве о поверке для комплекта светофильтров, в начале, середине и в конце спектрального диапазона), и сравнением результатов измерений с действительными значениями коэффициентов пропускания.

Устанавливают на спектрофотометре длину волны измерений 440 нм. Выполняют не менее пяти измерений спектрального коэффициента пропускания каждого из трёх светофильтров. Вычисляют среднее арифметическое значение (\bar{X}_i) и абсолютную погрешность (Δ) для каждого светофильтра по формулам:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$\Delta_i = \bar{X}_i - A_i, \quad (2)$$

где X_{ij} - результат j -го измерения коэффициента пропускания i -го светофильтра, %;

A_i – аттестованное значение коэффициента пропускания i -го светофильтра, %.

Повторить измерения и расчеты для длин волн измерений 540 нм и 740 нм.

Полученное значение абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности установки длин волн ($\Delta\lambda$)

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.

Найти разность между измеренными и действительными значениями длин волн максимумов полос поглощения по формуле

$$\Delta I_j = I_j - I_{ja}, \quad (3)$$

где I_j – измеренное значение длины волны j -ого максимума полосы поглощения, нм;

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

За абсолютную погрешность установки длин волн принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по формуле 3

$$\Delta I = \Delta I_{j \max}, \quad (4)$$

Полученное значение абсолютной погрешности установки длин волн должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка уровня рассеянного света

Проверку уровня рассеянного света провести по коэффициенту пропускания, измеренному спектрофотометром при полном поглощении излучения на длине волны 220 нм.

Установить в спектрофотометр кювету, заполненную раствором йодида калия в дистиллированной воде с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Провести измерения коэффициента пропускания на длине волны 220 нм не менее двух раз.

Полученные значения коэффициента пропускания (уровня рассеянного света) должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.4 Проверка абсолютной погрешности при измерении оптической плотности в диапазоне от 0,01 до 0,5 Б вкл.

Проверку абсолютной погрешности измерения оптической плотности провести с использованием светофильтров из комплекта светофильтров КНС-10.2 (выбрать 3 светофильтра со значениями оптической плотности в начале, середине и в конце поддиапазона 0,01 - 0,5 Б).

Установить на спектрофотометре длину волны измерений 400 нм. Выполнить не менее пяти измерений оптической плотности каждого светофильтра.

Вычислить среднее арифметическое значение (D_{cp}) и абсолютную погрешность (Δ) для каждого светофильтра по формулам:

$$\bar{D}_i = \frac{\sum D_{ij}}{n}, \quad (5)$$

$$\Delta_i = \bar{D}_i - D_{ai}, \quad (6)$$

где D_{ij} - результат j -го единичного измерения оптической плотности i -го светофильтра, Б;

n - число измерений;

D_{ai} - аттестованное значение оптической плотности i -го светофильтра на заданной длине волны измерений, Б.

Приведённые измерения и расчеты провести для длин волн измерений 600 нм и 850 нм.

Абсолютная погрешность измерений оптической плотности в диапазоне от 0,0 до 0,5 Б вкл. для каждого светофильтра на каждой длине волны должна удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.5 Проверка относительной погрешности при измерении оптической плотности в диапазоне св. 0,5 до 2,0 Б

Проверку относительной погрешности измерения оптической плотности провести с использованием светофильтров из комплекта светофильтров КНС-10.2 (выбрать 3 светофильтра со значениями оптической плотности начале, середине и в конце поддиапазона 0,5 – 2,0 Б).

Установить на спектрофотометре длину волны измерений 400 нм. Выполнить не менее пяти измерений оптической плотности каждого из светофильтров. Вычислить среднее арифметическое значение (D_{cp}) по формуле (5) и относительную погрешность (δ) для каждого светофильтра по формуле

$$d_i = \frac{\bar{D}_i - D_{ai}}{D_{ai}} \cdot 100, \% \quad (7)$$

Приведённые измерения и расчеты провести для длин волн измерений 600 нм и 850 нм.

Относительная погрешность измерений оптической плотности в диапазоне св. 0,5 до 2,0 Б для каждого светофильтра на каждой длине волны должна удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.6 Проверка диапазонов измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности

Проверку диапазона измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания провести одновременно с проверкой погрешности по 8.3.1 (провести измерения коэффициентов пропускания каждого светофильтра в начале, середине и в конце диапазона измерений). Проверку диапазона измерений оптической плотности провести одновременно с проверкой погрешностей по 8.3.4 – 8.3.5 (провести измерения оптической плотности каждого светофильтра в начале, середине и в конце диапазона измерений). Диапазоны измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания, %	от 0,5 до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений коэффициентов направленного пропускания, %: - в диапазоне от 0,5 до 5,0 % - в диапазоне св. 5,0 до 30,0 % - в диапазоне св. 30,0 до 100 %	$\pm 0,5$ $\pm 1,0$ $\pm 1,5$
Диапазон измерений оптической плотности, Б	0-2,0
Предел допускаемой абсолютной погрешности при измерении оптической плотности, мБ - в диапазоне от 0,0 до 0,5 Б вкл.	± 5
Предел допускаемой относительной погрешности при измерении оптической плотности, % - в диапазоне св. 0,5 до 2,0 Б	± 1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки длин волн, нм	± 2
Уровень рассеянного света (раствор KI при 220 нм), %, не более	0,05

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрофотометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчик:

Инженер I категории лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

_____ **Е.О. Зеньков**

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрофотометр DR6000, зав. № _____

Документ на поверку: МП 59-241-2012 «ГСИ. Спектрофотометры DR6000. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания

Длина волны, нм	Измеренное значение коэффициента пропускания, %	Среднее значение коэффициента пропускания, %	Аттестованное значение коэффициента пропускания, %	Абсолютная погрешность измерения коэффициента пропускания, %	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания, %

Таблица А.2 – Результаты проверки абсолютной погрешности установки длин волн

Наименование светофильтра	Длина волны, указанная в свидетельстве о проверке для комплекта светофильтров, нм	Результаты изменений длин волн максимумов полос поглощения, нм	Абсолютная погрешность установки длин волн, нм	Нормируемые значения абсолютной погрешности установки длин волн, нм

Таблица А.3 – Результаты проверки уровня рассеянного света

Полученный уровень рассеянного света (на 220 нм по КИ), %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица А.4 – Результаты проверки абсолютной погрешности при измерении оптической плотности в диапазоне от 0,0 до 0,5 Б вкл

Длина волны, нм	Измеренное значение оптической плотности, Б	Среднее значение оптической плотности, Б	Аттестованное значение оптической плотности, Б	Абсолютная погрешность измерения оптической плотности, Б	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений оптической плотности, Б

Таблица А.5 – Результаты проверки относительной погрешности при измерении оптической плотности в диапазоне св. 0,5 до 2,0 Б

Длина волны, нм	Измеренное значение оптической плотности, Б	Среднее значение оптической плотности, Б	Аттестованное значение оптической плотности, Б	Относительная погрешность измерения оптической плотности, %	Нормируемые значения относительной погрешности измерений оптической плотности, %

Таблица А.6– Результаты проверки диапазонов измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности

Наименование характеристики	Полученные значения диапазона	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

Подпись

(Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____