



УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ» -
Руководитель ГЦИ СИ
Н.П. Муравская
«23» декабря 2012 г

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ СФ-102 и СФ-104

**Методика поверки
МП 94.Д4-12**

**г. Москва
2012 г**

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры СФ-102 и СФ-104 (далее по тексту – спектрофотометры), предназначены для измерения спектрального коэффициента направленного пропускания и величин поглощения (оптической плотности) прозрачных жидких и твердых веществ в фотометрическом и спектральном режимах работы.

Интервал между периодическими поверками - 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

| № п/п. | Наименование операций | Номер пункта НД по поверке | Обязательность выполнения операции | |
|--------|---|----------------------------|------------------------------------|---------------------------|
| | | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| 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 точности установки длины волны | 8.4.1 | Да | Да |
| 6 | Определение диапазона измерения, предела допускаемой абсолютной погрешности и пределов абсолютного СКО случайной составляющей погрешности измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП) | 8.4.2 | Да | Да |

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

3 Средства поверки

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

Таблица 2

| Номер пункта методики поверки | Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики. |
|-------------------------------|--|
| 8.4.1-8.4.2 | Комплект светофильтров КНС-10.2 Пределы допускаемой абсолютной погрешности спектральных коэффициентов направленного пропускания в диапазоне от 340 до 850 нм для светофильтров №№1-3 и 9-11: $\pm 0,25\%$; для светофильтров №№4-8: $\pm 0,2\%$. Пределы допускаемой погрешности определения длин волн полос поглощения светофильтров из стекла ПС7: $\pm 0,5$ нм |

3.2. Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть 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 безопасности

4.1 Эксплуатация спектрофотометров при поверке должна производиться в соответствии с требованиями “Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей” ГОСТ 12.1.019-79.

4.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-81, ГОСТ 12.1.040-83, межотраслевыми правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00. Оборудование, применяемое при испытаниях, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-74. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-76 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5 Требования к квалификации поверителей и требования безопасности

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации на спектрофотометры;
- имеющие навык работы в химической или биохимической лаборатории;
- имеющие опыт работы со спектральными приборами;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с ПОТ РМ-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00.

6 Условия поверки

6.1 При проведении испытаний следует соблюдать следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|---------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 24±2; |
| - относительная влажность, % | 35-85; |
| - атмосферное давление, кПа | 97; |
| - напряжение сети переменного тока, В | (100 - 240) ± 10 %; |
| с частотой, Гц | 50/60 |

6.2 Помещение, где проводятся испытания, должно быть чистым и сухим. В помещении не должно быть кислотных, щелочных и других газов, способных вызвать значительную коррозию металлов, а также газообразных органических растворителей (особенно бензина и разбавителя), способных вызвать коррозию краски. В помещении не должно быть сквозняков.

6.3 Прибор не должен подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не ставьте его около окна. В помещении должны отсутствовать механические вибрации. Частота возмущающих вибраций, действующих на спектрофотометры, не должна быть более 30 Гц, амплитуда скорости колебаний не должна превышать 0,06 мм/с. Если показатели вибрации в помещении превышают указанные значения, спектрофотометры должны быть установлены на виброизолирующем фундаменте.

6.4 В помещении не допускаются посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

6.5 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п., чтобы крышка прибора не нагревалась (до 70 °С или больше). Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более (1,5 ÷ 2)°С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Расположить спектрофотометры вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры.

7.2 Изучить Руководство по эксплуатации на спектрофотометры СФ-102 и СФ-104.

7.3 Перед включением необходимо убедиться, что ячейка №1 в кюветном отделении пуста и крышка кюветного отделения закрыта. Сначала включить питание прибора, затем принтера и/или компьютера (если они подключены). На экране появится информация о модели прибора и версии внутреннего программного обеспечения. Далее начнется процесс инициализации устройства. Во время данного процесса прибор тестирует работоспособность узлов. Длительность процесса самотестирования до 3-х минут. После инициализации на экране отображается главное меню.

7.4 Для выбора работы в автономном режиме или под управлением ПК, нажать кнопку «5». В открывшемся меню «Настройки» с помощью кнопки «5» выбрать «Режим упр.» - «Руч» для работы в автономном режиме, либо «ПК» - для работы с компьютером. Для выхода из режима ожидания связи с компьютером и перехода на ручное управление нажать кнопку «СТАРТ/СТОП».

По окончании работ, сначала следует выключить питание прибора, затем принтера, а затем дополнительных принадлежностей, таких как сетевой фильтр и др.

При управлении прибором от ПК, сначала следует выключить питание прибора, затем компьютер.

7.5 Выдерживать спектрофотометры и вспомогательное оборудование в условиях, указанных в п. 6.1 настоящей Методики поверки не менее 1 часа.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре спектрофотометров проверяют отсутствие видимых механических повреждений; наличие заземления; наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения; чистоту гнезд, разъемов и клемм; состояние и четкость маркировок; состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Спектрофотометры считаются прошедшими внешний осмотр, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование производится путем включения спектрофотометров в соответствии с Руководством по эксплуатации. Перед началом поверки необходимо выдержать спектрофотометры включенными в течение 10 минут, чтобы позволить лампам нагреться и войти в установившийся режим работы. Откройте крышку кюветного отделения. Проверьте, что ход луча свободен, отсутствуют объекты (например, провода), попадающие в луч; нет образцов в кюветном отделении; принадлежности установлены должным образом.

8.2.2 Перед запуском пакета AWin 1.0 подождите, пока вся инициализация не будет закончена после включения ПК. Проверьте, что ПК правильно подключён. Запустите программу AWin 1.0.

8.2.3 В меню Application в пакета AWin 1.0 выберите окно диалога Manual Control. В поле Wavelength установите длину волны, равную 0 нм, и щелкните на кнопке Setup.

8.2.4. Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если они соответствуют требованиям Руководства по эксплуатации.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

| Наименование ПО | Идентификационное наименование ПО | Номер версии (идентификационный номер) ПО | Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма метрологической значимой части ПО) | Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО |
|-----------------|-----------------------------------|---|---|---|
| «A Win 1.0» | A Win 1.0 | 1.0 | - | - |

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение точности установки длины волны

8.4.1 Перед выполнением процедуры определения точности установки длины волны с помощью светофильтра из стекла ПС7, входящего в состав Комплекта светофильтров КНС-10.2 необходимо выполнить следующие подготовительные операции:

8.4.1.1 Процедура проверки точности установки длины волны выполняется с помощью программного обеспечения. Убедитесь, что в кюветном отделении ничего нет и плотно закройте крышку отделения. Включите спектрофотометр, включите компьютер, на который установлено программное обеспечение A Win 1.0, выполнить инициализацию спектрофотометра и вызвать окно измерений.

8.4.1.2 В Меню Спектрофотометра выберите «Калибровка прибора» [Instrument Calibration] – Калибровка длины волны [Calibration Wavelength]. Откройте окно Метода анализа, кликнув по команде Метод Анализа [Analysis Method] в меню Правка [Edit]. Выберите «Сканирование по длине волны» [Wavelength scan] в Режиме измерений [Measurement mode] на странице Общих свойств [General tab] и установите следующие показания характеристик (см. рисунок 1):

Режим данных – Abs;

Начальная длина волны – 300 нм;

Конечная длина волны – 900 нм;

Скорость сканирования – 120 нм/мин;

Коррекция базисной прямой - System (Системная);

Отсрочка – 0с;

Автоматическая установка нуля перед каждым циклом – Off (Выкл.);

Количество повторных измерений – 1 (без повторов);

Щель – 0,1 нм;

Напряжение ФЭУ – 250В (Регулируется в соответствии с высотой пика);

Интервал между замера – Auto (Автоматич.);

Источник света – D₂ и W;

Высокое разрешение – Off (Выкл.).

8.4.1.3 После подготовительных операций по пункту 4.7.1 определение точности установки длины волны проводится путем трехкратного сканирования спектра поглощения светофильтра из стекла ПС7, входящего в комплект светофильтров КНС-10.2 в режиме автоматического поиска и регистрации пиков (см. рисунок 2).

Для каждого пика производится расчет среднего арифметического длины волны положения максимума полос поглощения по формуле 1:

$$\lambda_{cp} (нм) = \frac{\sum_{i=1}^5 \lambda_i}{3} \quad (1)$$

где λ_i – текущее значение длины волны максимума полосы поглощения, нм

8.4.1.4 Рассчитать точность установки длины волны (Δ) спектрофотометров по формуле 2:

$$\Delta(\%) = \lambda_{амт} - \lambda_{cp} \quad (2)$$

где $\lambda_{амт}$ – аттестованные длины волн максимума полосы поглощения светофильтра из стекла ПС7, нм: 350,7 – 431,0 – 473,3 – 529,2 – 585,2 – 684,6 – 740,3 – 807,7

8.4.1.5 Спектрофотометры считаются прошедшими поверку, если точность установки длины волны не превышает $\pm 1,0$ нм.

8.4.2 Определение диапазона измерения, предела допускаемой абсолютной погрешности и пределов абсолютного СКО случайной составляющей погрешности измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП)

8.4.2.1 Установить основной режим – Fotometry, расчет (quantitation) – wavelength, режим измерения, %Т. Выполнить команду автоматического обнуления.

8.4.2.2 Установить следующие параметры: ширина щели 2нм, напряжение ФЭУ – 300В; интервал между замерах – Auto (Автоматич.); источник света – D2 (On) и W (On). И выдержать прибор перед измерениями 5-10 минут для прогрева лампы.

8.4.2.3 Произвести 10-ти кратное измерение СКНП светофильтров 9-11 из комплекта светофильтров КНС-10.2 на длинах волн от 340, 350 и 360 нм; светофильтров 2-8 на длинах волн 400, 500, 550, 600, 700 и 800 нм; светофильтра 1 на длинах волн 340, 350, 360, 400, 500, 550, 600, 700 и 800 нм.

8.4.2.4 Рассчитать среднее арифметическое значение ($\bar{\tau}_\lambda$) для каждой длины волны по формуле 3:

$$\bar{\tau}_\lambda = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tau_{\lambda i} \quad (3)$$

где $\tau_{\lambda i}$ - текущее значение коэффициента пропускания, %.

8.4.2.5 Рассчитать среднее квадратичное отклонение результатов измерений (S) во всем спектральном диапазоне измерений по формуле 4:

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

8.4.2.6 Определить предел допускаемой погрешности (ε) результата измерений СКНП по формуле 5:

$$\varepsilon = 2,262 \times S \quad (5)$$

где 2,262 – коэффициент Стьюдента, для десятикратных измерений (число степеней свободы = 9) при доверительной вероятности $P=0,95$ по ГОСТ 8.207-76, приложение 2.

8.4.2.7 Спектрофотометры признаются прошедшими поверку, если предел допускаемой абсолютной погрешности измерения не превышает 1%, а пределы СКО случайной составляющей погрешности измерений не превышают 0,05%.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдаются свидетельства о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.2 фактических значений метрологических характеристик спектрофотометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно ПР 50.2.006-94 «ГСИ. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения», и спектрофотометр допускают к эксплуатации.

9.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями ПР 50.2.006-94.

Начальника отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Д.Н. Зябликов

Т. Н. Ссыпных

