

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по производству
ФГУП «ВНИИОФИ»

Р.А. Родин
«14» июня 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры Evolution 350

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 048.Д4-18

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Неода
«14» июня 2018 г.

Москва
2018 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрофотометры Evolution 350 (далее – спектрофотометры), предназначенные для измерения спектрального коэффициента направленного пропускания исследуемых образцов различного происхождения в ультрафиолетовом и видимом участках спектра в диапазоне длин волн от 190 до 1100 нм, 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 выполнения поверок

№ 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 абсолютной погрешности установки длины волны в спектральном диапазоне	8.4.1	Да	Да
6	Определение диапазона, относительной 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 - Наименование средств поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4	Комплект светофильтров КНС-10.5 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 43463-09) Пределы допускаемых абсолютных погрешностей измерений СКНП: $\pm 0,25$ % для светофильтров №№ от 1 до 4, $\pm 0,2$ % для светофильтров №№ от 5 до 8, $\pm 0,5$ % для светофильтров №№ от 9 до 12 и № 1 при доверительной вероятности $P=0,95$. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений длин волн максимумов полос поглощения светофильтров ПС 7 $\pm 0,5$ нм; светофильтров НГГ $\pm 0,05$ нм в УФ видимом диапазоне от 260 до 850 нм, $\pm 0,3$ нм в ИК диапазоне от 850 до 2700 нм

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы 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 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования по ГОСТ Р 12.1.019-2009, а также требования руководства по эксплуатации спектрофотометров.

5.4 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 + 18 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

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

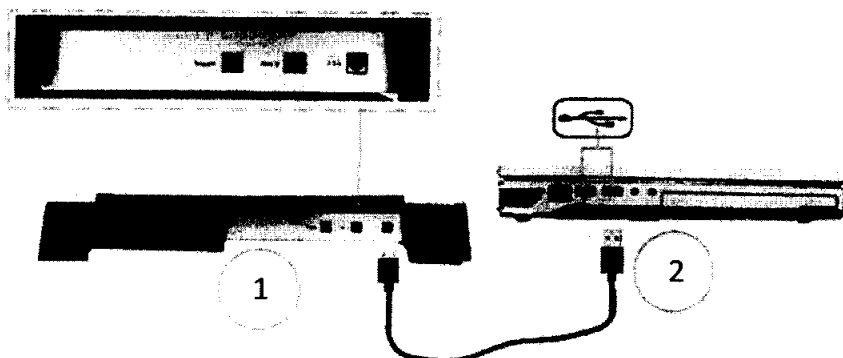
6.3 Рядом со спектрофотометрами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Изучить руководство по эксплуатации спектрофотометров.

7.2 Выдержать спектрофотометр в течение 24 часов в условиях указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

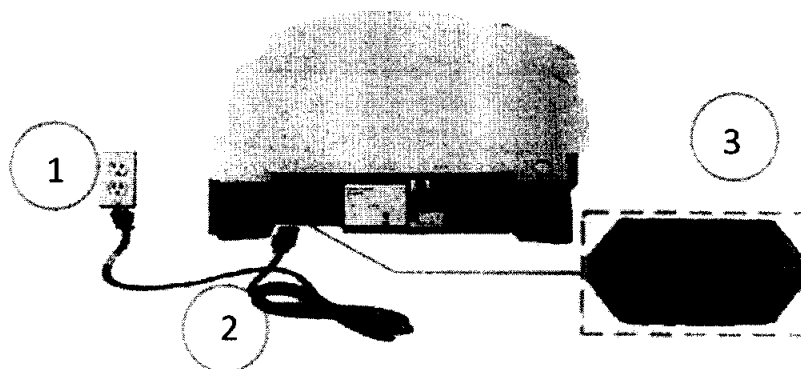
7.3 Подключить спектрофотометр к персональному компьютеру (ПК) с помощью USB-B разъема на правой боковой панели и кабеля USB из его комплекта (см. рисунок 1).



1 – Боковая панель спектрофотометра с USB-B разъемом; 2 – Подключение кабеля USB к ПК

Рисунок 1 – Правая боковая панель спектрофотометра

7.4 Подключить спектрофотометр к источнику переменного тока при помощи шнура электропитания из его комплекта, присоединяемого к разъему питания на левой боковой панели прибора (см. рисунок 2).



1 – Источник переменного тока; 2 - Шнур электропитания; 3 – Выключатель и разъем электропитания спектрофотометра

Рисунок 2 – Левая боковая панель спектрофотометра

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 выключатель на левой боковой панели (см. рисунок 2, позиция 3) перевести из положения (0) в положение (I).

8.2.2 При включении на передней панели зеленым цветом мигает индикатор питания. По завершении последовательности запуска индикатор будет гореть непрерывно (см. рисунок 3).

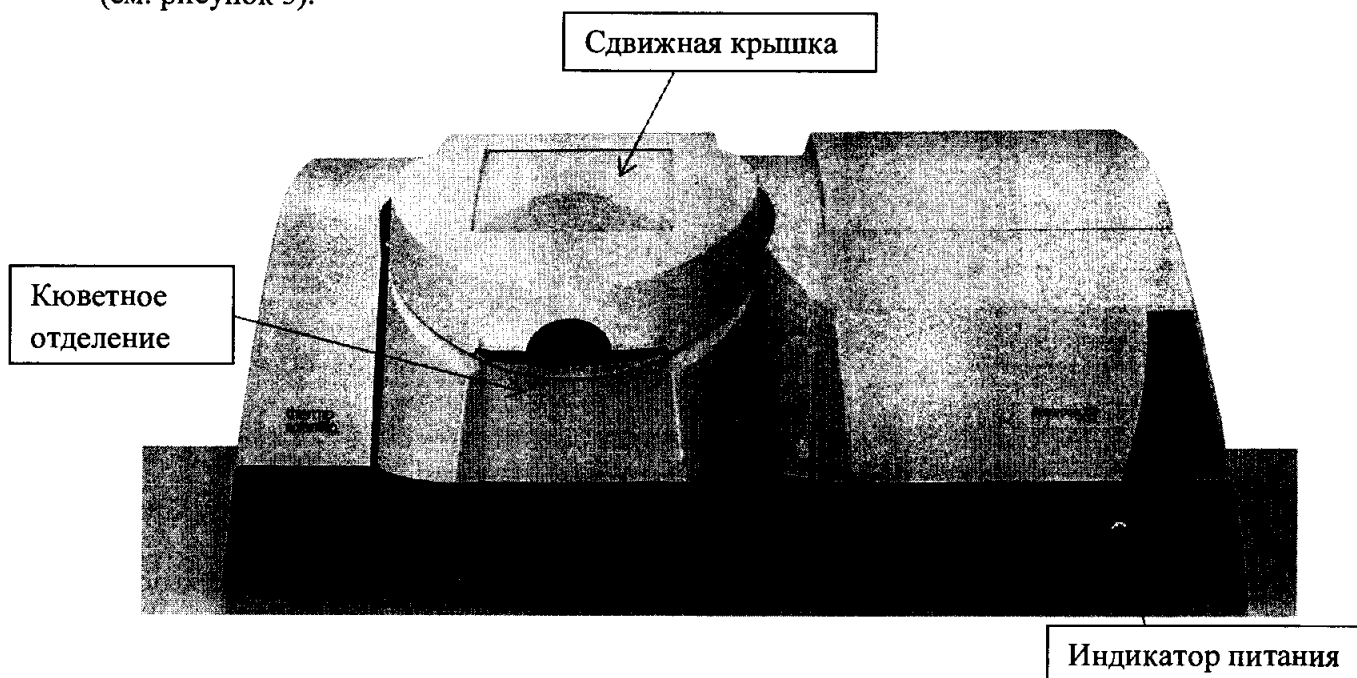


Рисунок 3 – Передняя панель спектрофотометра

8.2.3 Запускают программное обеспечение «INSIGHT» (далее - ПО) двойным нажатием по ярлыку «INSIGHT» на рабочем столе ПК или при помощи открытия стартового меню Windows, выбрать «Start» на панели задач Windows, навести курсор на «All Programs» или «Programs» в меню «Start», указать на программную группу «Thermo» и выбрать программу «INSIGHT».

8.2.4 Несанкционированный доступ к ПО возможно исключить посредством ограничения прав учетной записи пользователя. Имеется возможность установить 4 уровня доступа: администратор, методист, аналитик, оператор. Пароли для разных уровней доступа устанавливает и имеет возможность изменять администратор.

При запуске ПО открывается окно запроса пароля, необходимо ввести пароль и затем выбрать «ОК».

8.2.5 После ввода пароля ПО запускается и на экране появляется основное рабочее окно (см. рисунок 4).

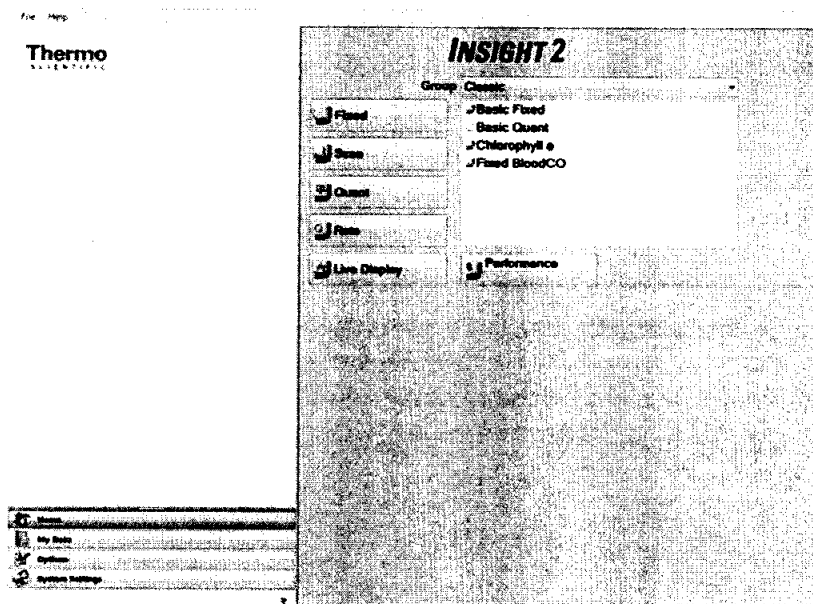


Рисунок 4 – Рабочее окно ПО

8.2.6 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если включение спектрофотометров прошло успешно, индикатор питания на передней панели горит непрерывно, ПО запущено.

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 спектрофотометров необходимо в рабочем окне ПО (см. рисунок 4) открыть вкладку «Help», и затем выбрать раздел «About». На рабочем окне программы отобразится наименование и номер версии ПО (см. рисунок 5).

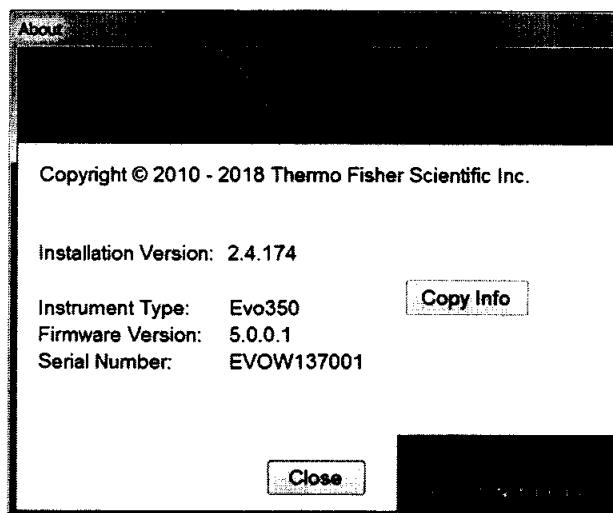


Рисунок 5 - Идентификационные данные ПО

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	INSIGHT
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.4.000
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение абсолютной погрешности установки длины волны в спектральном диапазоне

8.4.1.1 В рабочем окне ПО в главном меню «Home» выбрать раздел сканирования «Scan», для регистрации спектра излучения, проходящего через образец в заданном диапазоне длин волн. Чтобы установить параметры сбора данных измерения в режиме сканирования, выбрать вкладку настройки «Settings», а затем «Instrument» (см. рисунок 6) и установить начальную длину волны «Start wavelength» 190 нм, конечную длину волны «End wavelength» 1100 нм, ширину щели «Bandwidth» 0,5 нм. Остальные настройки установить в соответствии с параметрами, указанными на рисунке 6.

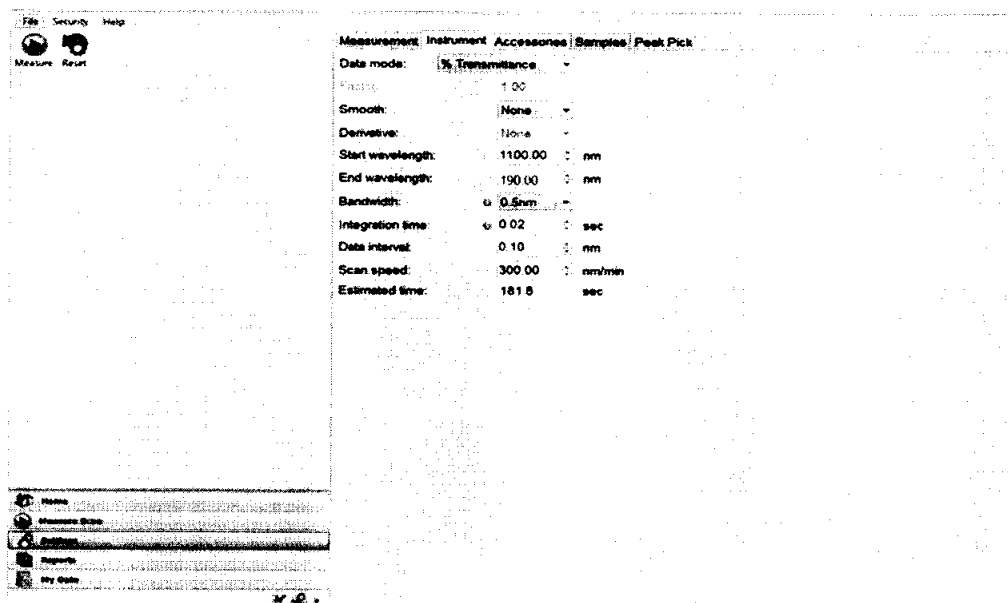



Рисунок 6 – Настройка параметров измерения в разделе Scan

8.4.1.2 Нажать кнопку «Measure Scan» для проведения измерения в режиме сканирования. Провести коррекцию базовой линии, для этого нажать кнопку «Baseline»



Baseline

8.4.1.3 Открыть крышку кюветного отделения спектрофотометра и установить в держатель для стандартных кювет с длиной оптического пути 10 мм светофильтр НГГ из комплекта светофильтров КНС-10.5.

8.4.1.4 Провести трехкратное сканирование спектра поглощения светофильтра НГГ. Для начала измерений длин волн нажать «Measure» , в окне подтверждения выбрать «Continue». На экране ПК можно наблюдать информацию о ходе процесса измерений (см. рисунок 7).

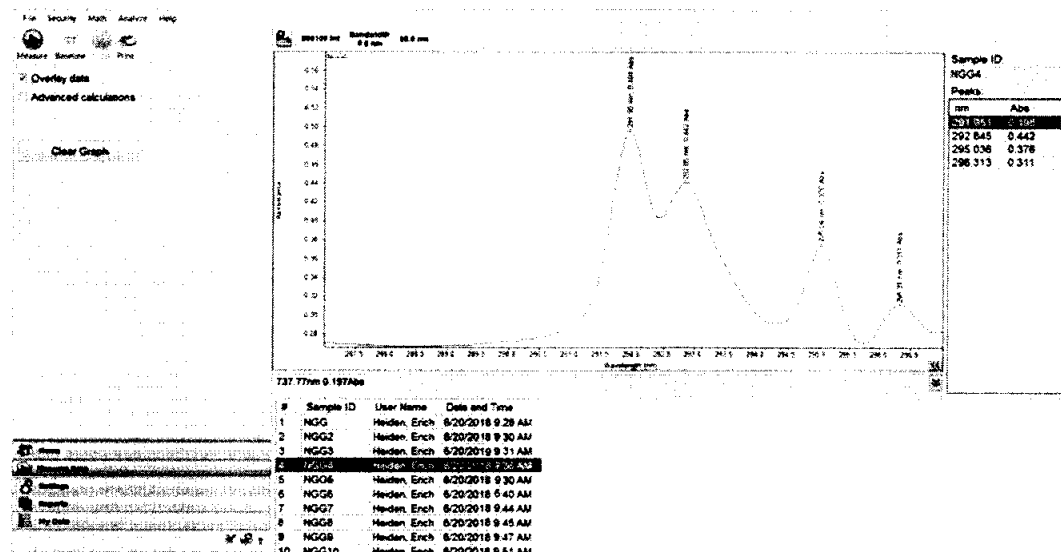


Рисунок 7 – Окно информации о ходе процессов измерения

8.4.1.5 Записать значения длин волн, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения. Аттестованные значения длин волн максимумов полос поглощения светофильтра НГГ: (262 ± 3) ; (293 ± 5) ; (362 ± 5) ; (433 ± 5) ; (574 ± 5) ; (683 ± 5) ; (781 ± 5) ; (880 ± 5) ; (936 ± 5) нм.

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

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

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

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

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

где λ_{att} – аттестованные значения длин волн максимумов полос спектра поглощения светофильтра НГГ, взятые из свидетельства о поверке, нм.

8.4.1.8 Абсолютная погрешность установки длины волны в спектральном диапазоне от 190 до 262 нм и от 936 до 1100 нм подтверждается линейностью распределения полученных в п. 8.4.1.7 значений.

8.4.1.9 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если абсолютная погрешность установки длины волны в спектральном диапазоне от 190 до 700 нм включительно и свыше 700 до 1100 нм не превышает значений $\pm 0,5$ и $\pm 1,0$ нм соответственно.

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

8.4.2.1 В рабочем окне ПО в главном меню «Home» выбрать раздел сканирования «Fixed», чтобы настроить и выполнить измерение на одной или нескольких заданных длинах волн. Чтобы установить параметры сбора данных измерения в режиме сканирования, необходимо выбрать вкладку настройки «Settings», а затем «Instrument» и установить параметры и значения длин волн «wavelength» необходимые для измерений в соответствии рисунком 8.

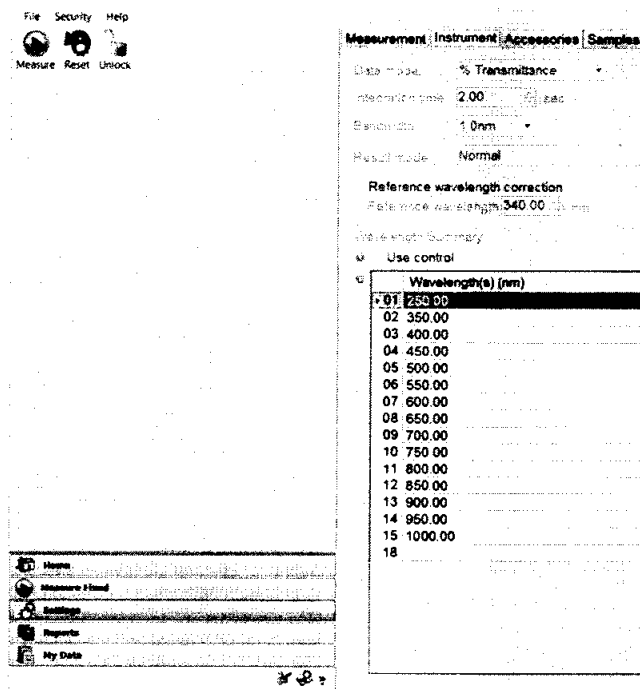
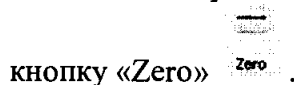


Рисунок 8 – Настройка параметров измерения в разделе Fixed

8.4.2.2 Нажать кнопку «Measure Fixed». Открыть крышку кюветного отделения спектрофотометра и установите калибровочную рамку из комплекта светофильтров КНС-10.5 в держатель для стандартных кювет с длиной оптического пути 10 мм, нажать



кнопку «Zero»

8.4.2.3 В кюветное отделение поочередно устанавливаются и проводятся пятикратные измерения СКНП светофильтров с 1 по 12 из комплекта КНС-10.5 на длинах волн от 250 до 1000 нм.

8.4.2.4 Для начала измерений СКНП на фиксированной длине волны нажать «Measure» , далее в окне подтверждения выбрать «Continue».

8.4.2.5 Рассчитают среднее арифметическое значение СКНП, T , %, для каждой измеренной длины волны по формуле (3).

$$\bar{T}_\lambda = \frac{\sum_{i=1}^5 T_{\lambda i}}{5}, \quad (3)$$

где T - значение коэффициента пропускания, %;

λ – длина волны, нм;

i – номер измерения.

8.4.2.6 Рассчитать среднее квадратичное отклонение среднего арифметического результата измерений СКНП на всех длинах волн, $S_{\bar{T}_\lambda}$, %, по формуле (4).

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

где n – число измерений.

8.4.2.7 Рассчитать значение случайной погрешности результатов измерений

СКНП, ε , %, по формуле (5).

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{T}_\lambda}, \quad (5)$$

где t – коэффициент Стьюдента ($t = 2,26$).

8.4.2.8 Рассчитать значение среднего квадратического отклонения неисключенной систематической погрешности, S_θ , %, каждой серии измерений по формуле (6).

$$S_\theta = \frac{\theta_\Sigma}{\sqrt{3}}, \quad (6)$$

где θ_Σ – граница абсолютной погрешности результата измерений СКНП комплекта светофильтров КНС-10,5, указанная в свидетельстве о поверке, %.

8.4.2.9 Рассчитать значение суммарного среднего квадратического отклонения, S_Σ , %, результата измерений СКНП по формуле (7).

$$S_\Sigma = \sqrt{S_\theta^2 + S_{\bar{T}_\lambda}^2} \quad (7)$$

8.4.2.10 Рассчитать значение относительной погрешности $\Delta_{отн}$, %, результата измерений СКНП для светофильтров с 1 по 5, 9,10 по формуле (8).

$$\Delta_{отн} = \frac{K \cdot S_\Sigma}{\bar{T}_\lambda} \cdot 100, \quad (8)$$

где K – коэффициент, который рассчитывается по формуле (9), %.

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_\Sigma}{S_{\bar{T}_\lambda} + S_\theta} \quad (9)$$

8.4.2.11 Рассчитать значение абсолютной погрешности $\Delta_{абс}$, %, результата измерений СКНП для светофильтров с 6 по 8, 11,12 по формуле (10).

$$\Delta_{абс} = |\bar{T}_\lambda - T_{\lambda i \text{ эт}}|, \quad (10)$$

где $T_{\lambda i \text{ эт}}$ – значение i -го коэффициента пропускания на фиксированной длине волны, взятое из свидетельства о поверке комплекта светофильтров КНС-10,5, %.

8.4.2.12 Спектрофотометры признаются прошедшими операцию поверки, если полученный диапазон измерений СКНП составляет от 2,0 до 92,0 %, значение относительной погрешности при измерении СКНП для светофильтров №№ с 1 по 5, 9, 10 не превышает $\pm 3,0$ %, значение абсолютной погрешности при измерении СКНП для светофильтров №№ с 6 по 8, 11, 12 не превышает $\pm 0,5$ %.

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. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и 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

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

А.Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

 В.А. Кормилицына

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ **201** года

Средство измерений: Спектрофотометры Evolution 350

(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

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 048.Д4-18 «Спектрофотометры Evolution 350. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 14 июля 2018г.

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

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица 1 - Результаты измерений Спектрофотометров Evolution 350

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Пределы абсолютной погрешности точности установки длины волны в спектральном диапазоне, нм: - от 190 до 700 нм включительно - свыше 700 до 1100 нм		± 0,5 ± 1,0
Диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП), %		от 2,0 до 92,0
Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении СКНП ¹⁾ , %, не более		± 3,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении СКНП ²⁾ , %, не более		± 0,5
¹⁾ для светофильтров №№ с 1 по 5, 9, 10 ²⁾ для светофильтров №№ с 6 по 8, 11, 12		

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

подписи, ФИО, должность