

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ДИРЕКТОРА
КУСТИКОВ А.Н. Пронин
Дов. № 19 от 03.03.2017 г.
М.п. 05 марта 2019 г.

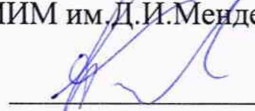
Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры SpectroDirect

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2295-2019

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


_____ А.В. Колобова

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


_____ М.А. Мешалкин

г. Санкт-Петербург
2019 г.

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры SpectroDirect предназначенных для измерений коэффициента пропускания или оптической плотности твердых и жидких проб различного происхождения и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

N п/п	Наименование операций поверки	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			при первичной поверке	при периодической поверке
1.	Подготовка к поверке.	5.2	да	да
2.	Внешний осмотр	6.1	да	да
3.	Опробование.	6.2	да	да
4.	Проверка соответствия ПО.	6.3	да	да
5.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

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.	6.3.	Комплектов светофильтров КС-105	ТУ 4434-138-07502348-2001 (№22054-01 по Госреестру СИ РФ)
2.	6.3.	Светофильтр из стекла ПС-7 (входит в состав комплекта КС 105)	
3.	6.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
4.	6.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
5.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90
6.	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
7.	4.1	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ)

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, метрологические 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, а химические реактивы должны иметь действующие паспорта.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Температура окружающего воздуха, °С	От 16 до 25
Относительная влажность воздуха, %, не более	80
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрофотометра.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки и имеющие навык работы с прибором.

4.3. Для получения данных, необходимых для поверки допускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрофотометр (под контролем поверителя).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) перед проведением поверки спектрофотометры следует выдержать при температуре поверки не менее часа;

2) поверяемые спектрофотометры должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- соответствие маркировки спектрофотометра его документации;
- исправность органов управления.

6.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания и инициализации прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы с указанием нумерации методов.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения.

6.3.1. Проверка соответствия программного обеспечения заключается в проверке номера версии.

6.3.1.1. Вывод на дисплей окна, в котором указана версия программного обеспечения, осуществляется через меню п.91 System-Info.

Окно с номером версии ПО приведено на рисунке 1.

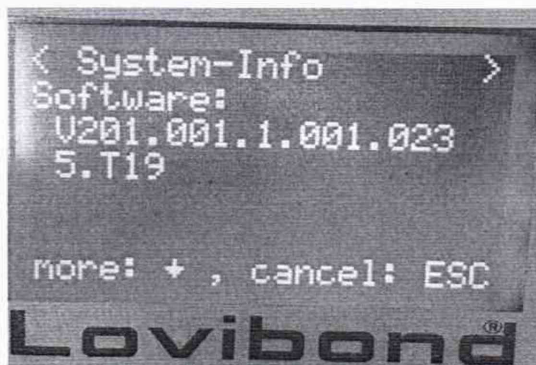


Рисунок 1 - Окно с названием и номером версии ПО

6.3.1.2. Спектрофотометр считается прошедшим поверку по п. 6.3, если номер версии 201.0 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 производить измерением коэффициентов пропускания образцовых светофильтров и сравнением результатов измерений с действительными значениями коэффициентов пропускания светофильтров

- а) В соответствии с указаниями руководства по эксплуатации поверяемого спектрофотометра (см. стр. 195-196 Руководства по эксплуатации (далее РЭ), режим [MODE] [5] [1]) измерить коэффициенты пропускания на длинах волн, которые указаны в свидетельстве о поверке для данного комплекта светофильтров. Провести измерение 3 раза, каждый раз вновь устанавливая i -ый светофильтр. Найти среднее арифметическое из измеренных 3 значений для каждой j -ой длины волны:

$$T_{ij} = \left(\sum_{k=1}^{k=10} T_{ijk} \right) : 3$$

- б) Найти разность между измеренными и действительными значениями коэффициента пропускания для каждой из аттестованных по фотометрической шкале длин волн по формуле:

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

где T_{ij} — 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.

- с) Повторить операции, указанные в п.п. (а) – (б) пункта 6.3.1 настоящей Методики поверки для всех остальных светофильтров из комплекта КС-105. Абсолютная погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания равна максимальному значению (без учета знака) из вычисленных по п.п. (б) пункта 6.3.1:

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

- d) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если полученные значения абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышают $\pm 1,0\%$

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

6.4.2.1. Установить в кюветное отделение светофильтр ПС-7. В режиме измерения коэффициента пропускания записать спектр поглощения в диапазоне длин волн 400 – 900 нм. (см. стр. 196-197 РЭ, режим [MODE] [5] [3]) и определить положения минимумов пропускания полос поглощения.

Провести измерение 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр. Найти среднеарифметическое значение длины волны минимума пропускания (для каждого j -ого минимума):

$$\lambda_j = \left(\sum_{k=1}^{k=10} \lambda_{jk} \right) : 2$$

- a) Найти разность между измеренными и действительными значениями длин волн минимумов пропускания полос поглощения по формуле:

$$\Delta\lambda_j = \lambda_j - \lambda_{ja}$$

где λ_j — измеренное значение длины волны j -ого минимума пропускания полосы поглощения,

λ_{ja} — действительное значение длины волны j -ого минимума пропускания полосы поглощения, указанное в свидетельстве о поверке комплекта КС-105.

- b) Абсолютная погрешность установки длин волн равна максимальному значению из вычисленных по п.п. (a) пункта 6.3.2 настоящей Методики:

$$\Delta\lambda = \Delta\lambda_{j \text{ MAX}}$$

- c) Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.2., если полученное в пункте b значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 2,0$ нм.

6.3.3 Определение уровня рассеянного света.

6.3.3.1. Уровень рассеянного света определяют по коэффициенту пропускания, измеренному спектрофотометром при полном поглощении излучения на длине волны 340 нм.

a) Установить в спектрофотометр кювету, заполненную раствором нитрита натрия в дистиллированной воде с массовой концентрацией 50 г/л.

b) Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 340 нм.

Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.3, если измеренное значение коэффициента пропускания не превышает 0,5 %.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Спектрофотометр, удовлетворяющий требованиям настоящей Методики, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке по установленной форме.

7.3. На спектрофотометр, признанный непригодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

7.4. Знак поверки наносится на боковую панель спектрофотометра и (или) на свидетельство о поверке.