

Гр N 31210-07  
Гр N 31210-12

472

Экземпляр  
ФБУ «ЦСМ Республики  
Башкортостан»

Федеральное бюджетное учреждение  
«Государственный региональный центр  
стандартизации, метрологии и испытаний  
в Республике Башкортостан»  
(ФБУ «ЦСМ Республики Башкортостан»)  
Стерлитамакский филиал  
453121, г. Стерлитамак, ул. Дружбы, 39



УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель руководителя ГЦИ СИ  
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В.С. Александров  
13 мая 2007 г.

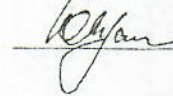
**СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ  
ЛЕКИ**

моделей


SS1101, SS1103, SS1104, SS1105, SS1207, SS1207UV, SS2107,  
SS2107UV, SS2109UV, SS2110UV

фирмы "MEDIORA OY", Финляндия  
Методика поверки  
МП-242-0534-2007

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

 Л.А. Конопелько

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

 М.А. Мешалкин

С.-Петербург

2007

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры LEKI моделей SS1101, SS1103, SS1104, SS1105, SS1207, SS1207UV, SS2107, SS2107UV, SS2109UV, SS2110UV, выпускаемые фирмой "MEDIORA OY", Финляндия и предназначенные для измерения коэффициента пропускания и оптической плотности различных образцов и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п.6.1.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка общего функционирования.	п. 6.2.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик:	п. 6.3	да	да
5.	Определение абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания ( $\Delta T$ ).	п. 6.3.1	да	да
6.	Определение абсолютной погрешности установки длин волн ( $\Delta \lambda$ ).	п. 6.3.2	да	да
7.	Определение уровня рассеянного света	п. 6.3.3	да	нет
8.	Определение спектральной ширины щели	п. 6.3.4	да	нет

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 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.	Один комплектов светофильтров из обозначенных: - КС 100 - КС 101 - КС-105. - КС 102 <sup>1</sup> .	Погрешность определения коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5\%$ в спектральном диапазоне 200-1100 нм. Погрешность определения коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5\%$ в

<sup>1</sup> Может использоваться только для моделей, не работающих в УФ-диапазоне.

			спектральном диапазоне 400-800 нм.
2.	6.3.	Светофильтр из стекла ПС-7 (входит в состав комплектов КС 100/101/102/105)	Погрешность определения положения минимумов коэффициентов пропускания не более $\pm 0,5$ нм.
3.	6.3	Натрия нитрит	ГОСТ 19906-74
4.	6.3	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
5.	6.3	Гексан	ТУ 2631-003-05807999-98 кв. "ХЧ"
6.	6.3	Толуол	ГСО 7814-2000 или по ТУ 2631-065-44493179-01 кв. "ОСЧ"
7.	6.3	Колба мерная 2(4)-50-2	ГОСТ 1770-74
8.	6.3	Пипетка вместимостью 0,5 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227-91
9.	6.2	Секундомер механический СОПр2А-3-221	ГОСТ 5072-79Е, 0-30 с, цена деления секундной шкалы 0,2 с.
10.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.
11.	4.1	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76.
12.	4.1	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. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

- 3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте – РЭ) спектрофотометров.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- |  |                     |
|--|---------------------|
| диапазон температуры окружающей среды    | (20 ± 5) °С;        |
| диапазон атмосферного давления           | от 84 до 106,7 кПа; |
| диапазон относительной влажности воздуха | от 45 до 80 %;      |
| напряжение питания                       | (220 ± 22)В;        |
| частота питания переменного тока         | (50 ± 1) Гц.        |
- Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

### 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 в течение не менее двух часов;
- 2) поверяемые спектрофотометры должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

### 6.1. Внешний осмотр

#### 6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности спектрофотометров технической документации, входящей в комплект спектрофотометра;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрофотометров;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрофотометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

### 6.2. Опробование

Опробование производится в автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения проверки на экране появляется стартовое окно программы управления прибором. В противном случае на экране появляется сообщение об ошибке. Перед проведением измерений необходимо прогреть прибор в течение не менее 40 минут.

### 6.3. Определение метрологических характеристик.

#### 6.3.1. Определение абсолютной погрешности спектрофотометра ( $\Delta T$ ) 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<sup>2</sup>. Провести измерение 2 раза, каждый раз вновь устанавливая светофильтр.

- а) Найти разность между измеренными и действительными значениями 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.п. (а) пункта 6.3.1 настоящей Методики поверки для всех остальных светофильтров из используемого комплекта.  
 в) За абсолютную погрешность спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из ряда данных, вычисленных по п.п. (б) пункта 6.3.1:

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

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

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

<sup>2</sup> Модель LEKI SS1101 поверяется на рабочих длинах волн.

6.3.2.1. Установить в кюветное отделение светофильтр ПС-7. Провести измерения коэффициента пропускания в окрестностях линий поглощения, минимумы которых ( $\lambda_{\text{мин}}$ ) указаны в свидетельстве о проверке комплекта светофильтров. Измерения проводить с шагом 1 нм в диапазоне длин волн  $\lambda_{\text{мин}} \pm 5$  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:

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

где  $\lambda_j$  — измеренное значение длины волны  $j$ -ого максимума полосы поглощения,  
 $\lambda_{jа}$  — действительное значение длины волны  $j$ -ого максимума полосы поглощения, указанное в свидетельстве о проверке.

- б) Абсолютная погрешность установки длин волн равна максимальному значению из вычисленных по п.п. (а) пункта 6.3.2 настоящей методики:

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

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

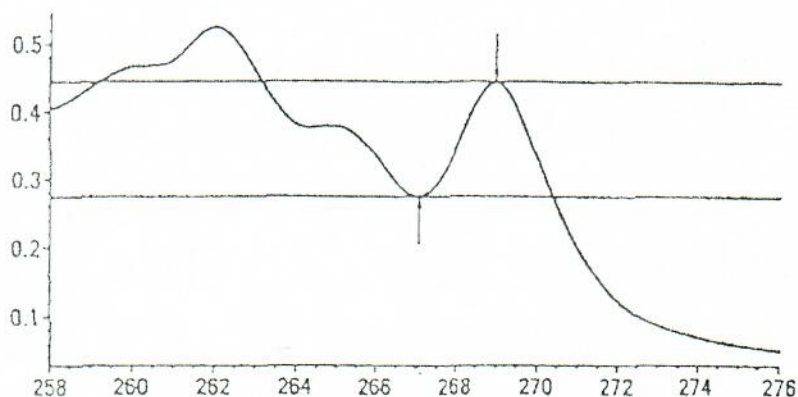
### 6.3.3. Определение уровня рассеянного света

6.3.3.1. Уровень рассеянного света определяют по коэффициенту пропускания, измеренному спектрофотометром при полном поглощении излучения в исследуемом спектральном диапазоне. Установить в спектрофотометр кювету, заполненную раствором нитрита натрия в дистиллированной воде с массовой концентрацией 50 г/л.

6.3.3.2 Провести измерение коэффициента пропускания на длине волны 340 нм. Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если измеренные значения коэффициента пропускания не превышает 0,4 % для модели SS 1101; 0,3% для моделей SS1103, SS1104, SS1105 и 0,2% для остальных моделей.

### 6.3.3. Определение спектральной ширины щели<sup>3</sup>

6.3.4.1. Установить в прибор кювету заполненную контрольным раствором толуола в гексане (объемная доля толуола 0,02 %). Построить спектр поглощения<sup>4</sup> (по точкам, с шагом 1 нм) в области 258 -276 нм (в единицах оптической плотности).



<sup>3</sup> Выполняется только для моделей SS2109UV, SS2110UV, обеспечивающих сканирование и вывод спектра на дисплей/принтер

<sup>4</sup> Ориентировочный вид спектра показан на рис.1. Ось абсцисс -длина волн (нм), Ось ординат - оптическая плотность (Б).

Рис. 1 Спектр поглощения раствора толуола в гексане.

6.3.4.3. Определить отношение оптических плотностей в точке максимума (близкой к 269 нм) и оптической плотности в точке минимума (близкой к 266 нм).

6.3.4.2. Спектрофотометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.4, если отношение (N), вычисленное в п.6.3.4.1 не менее 0,6.

#### 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Спектрофотометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрофотометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрофотометр модели \_\_\_\_\_

Зав.№ \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

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  $\Delta T$  \_\_\_\_\_
4. Результаты определения абсолютной погрешности установки длин волн  $\Delta \lambda$  \_\_\_\_\_
5. Результаты определения спектральной ширины щели \_\_\_\_\_
6. Определение уровня рассеянного света \_\_\_\_\_

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 в 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.