

СОГЛАСОВАНО

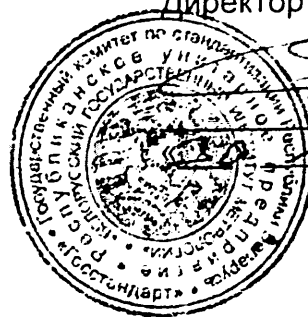
Директор ЗАО «Спектроскопия,
оптика и лазеры – авангардные
разработки»

« 2 » А.С. Дворников
2019



УТВЕРЖДАЮ

Директор БелГИМ



В.Л. Гуревич
2019

Извещение № 1 об изменении
МРБ МП. 1555-2006
Спектрофлуориметр. СМ 2203. Методика поверки

Разработчик:
Инженер по стандартизации и
сертификации
ЗАО «Спектроскопия, оптика и
лазеры – авангардные разработки»
И.В. Козлова
«14» И.В. 2019 г.

Минск, 2019

ЗАО «Спектроскопия, оптика и лазеры – авангардные разработки»	ОИиР	ИЗВЕЩЕНИЕ № 1	ОБОЗНАЧЕНИЕ ДОКУМЕНТА МРБ МП. 1555-2006	
Дата выпуска	Срок изменения		Лист 2	Листов 2
ПРИЧИНА	По результатам ГКИ		Код 5	
УКАЗАНИЕ О ЗАДЕЛЕ				
УКАЗАНИЕ О ВНЕДРЕНИИ				
ПРИМЕНЯЕМОСТЬ				
РАЗОСЛАТЬ	Всем абонентам			
ПРИЛОЖЕНИЕ	На 25 листах			
ИЗМ. 1	СОДЕРЖАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ			

Наименование методики поверки изложить в редакции: Спектрофлуориметры СМ 2203. Методика поверки.
Листы 2-25 заменить.
Листы 26-29 аннулировать.



Составил	Козлова И.В.	<i>[Signature]</i>					
Проверил				Н. контр.			
Изменение внес							

Настоящая методика поверки (далее – МП) распространяется на спектрофлуориметр СМ 2203 (далее – спектрофлуориметр) и устанавливает методы и средства поверки.

Спектрофлуориметр предназначен:

– в режиме работы спектрофлуориметра (далее – в режиме спектрофлуориметра) для измерений и регистрации спектров испускания и возбуждения флуоресценции веществ, а также для определения концентрации веществ флуориметрическими методами в жидких и твердых образцах в области спектра от 220 до 820 нм;

– в режиме работы спектрофотометра (далее – в режиме спектрофотометра) для измерений и регистрации спектров пропускания и поглощения веществ, а также для измерения оптической плотности, коэффициента пропускания и определения концентрации веществ фотометрическими методами в жидких и твердых прозрачных образцах в области спектра от 220 до 1000 нм.

Управление спектрофлуориметром, создание и сохранение файлов с данными контроля, обработка результатов измерений производится с помощью программного обеспечения (далее – ПО) СМ 2203. ПО содержится на инсталляционном компакт диске, который поставляется вместе с прибором.

Первичная поверка спектрофлуориметров производится при выпуске из производства; внеочередная поверка спектрофлуориметров после ремонта проводится в объеме первичной поверки; периодическая поверка спектрофлуориметров – при эксплуатации и хранении юридическими лицами государственной метрологической службы или аккредитованными поверочными лабораториями других юридических лиц.

Межповерочный интервал – не более 12 месяцев.

Настоящая МП разработана в соответствии с ТКП 8.003.

1 Нормативные ссылки

В настоящей МП использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

ТКП 8.003-2011 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Правила проведения работ

ГОСТ 2.105-1995 Единая система конструкторской документации. Общие требования к текстовым документам

ГОСТ 12.3.019-1980 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.007-1976 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.005-1988 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 1770-1974 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-1972 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 25336-1982 Вода дистиллированная. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169-1991 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание – При пользовании настоящей МП целесообразно проверить действие ТНПА по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящей МП следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяются в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Операции поверки

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Опробование	7.2		
2.1 Проверка работоспособности. Проверка идентификации ПО	7.2.1	Да	Да
2.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в термостатируемом держателе кювет	7.2.2	Да	Да
2.3 Проверка дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра	7.2.3	Да	Нет
3 Определение метрологических характеристик	7.3		
3.1 Проверка спектрального диапазона измерений	7.3.1	Да	Да
3.2 Определение абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (далее – СКО) случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения	7.3.1.1	Да	Да
3.3 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора регистрации	7.3.1.2	Да	Да
3.4 Проверка диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра.	7.3.2	Да	Да
3.5 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра	7.3.2.1	Да	Да
3.6 Проверка диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра	7.3.3	Да	Да
3.7 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра	7.3.3.1	Да	Да
3.8 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра	7.3.4	Да	Да
Примечание – Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают			

3 Средства поверки

При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) эталонов и вспомогательных средств поверки, их метрологические и основные технические характеристики, обозначение ТНПА
7.3.1 7.3.3 7.3.4	Комплект мер спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности КСС-04, диапазон измерений от 0 до 2 Б, основная абсолютная погрешность $\Delta D = 0,43 \Delta t/t$; $\Delta t = \pm 0,25 \%$; $\Delta \lambda = \pm 0,2 \text{ нм}$.
7.2.2	Термометр электронный ЛТ-300, диапазон измерений от минус 50 °С до плюс 300 °С, предел допускаемой абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,05 \text{ °С}$.
7.2.3	Белая бумага по [1]
7.3.1.2	Дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС-12 ОД 0.337.185 ТУ, диапазон измерений от 226 до 1083 нм.
7.3.2.1	Государственный стандартный образец (далее – ГСО) состава раствора фенола, относительная погрешность аттестованного значения ГСО 1 % при доверительной вероятности 0,95; ГСО РБ 1905-2015 (ГСО РФ 8714-2005).
7.3.2.1	Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2 класса точности, вместимостью не более 100 см ³ .
7.3.2.1	Пипетки градуированные по ГОСТ 29169, 2 класса точности, вместимостью 5; 10; 20; 25; 50 см ³ .
7.3.2.1	Стакан химический по ГОСТ 25336
7.3.2.1	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709
6	Барометр БАММ-1, диапазон измерений от 80 до 106 кПа, пределы абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,2 \text{ кПа}$
6	Комбинированный прибор testo 625, диапазон измерений относительной влажности от 5 % до 95 %, пределы абсолютной погрешности $\Delta = \pm 3 \%$; диапазон измерений температуры от 0 °С до плюс 60 °С, пределы абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,5 \text{ °С}$.
Примечания	
1 Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого спектрофлуориметра с требуемой точностью.	
2 Все средства измерений должны иметь действующие клейма и (или) свидетельства о прохождении поверки	

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений при поверке и обработке результатов измерений допускаются лица, прошедшие специальное обучение и имеющие квалификацию поверителя.

Поверку спектрофлуориметра должен выполнять персонал, прошедший инструктаж по технике безопасности, имеющий необходимую подготовку для работы со спектрофлуориметром, используемыми эталонами и вспомогательными средствами поверки.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.019, а также выполнены требования раздела 2 [2].

5.2 По степени воздействия на организм человека раствор фенола в воде (контрольные растворы) относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

5.3 Содержание фенола в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимой концентрации $0,3 \text{ мг/м}^3$ в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Агрегатное состояние фенола в воздухе рабочей зоны – пары.

5.4 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах предосторожности при работе с раствором фенола в воде.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха от $15 \text{ }^\circ\text{C}$ до $30 \text{ }^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 90 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают соответствие спектрофлуориметра следующим требованиям:

- соответствие комплектности представленного в поверку спектрофлуориметра руководству по эксплуатации [2];
- отсутствие механических повреждений спектрофлуориметра, влияющих на работоспособность и нормированные метрологические характеристики;
- наличие четких обозначений условного наименования спектрофлуориметра, товарного знака предприятия-изготовителя, номера прибора по системе нумерации предприятия-изготовителя и года выпуска;
- отсутствие внутри спектрофлуориметра посторонних элементов.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если спектрофлуориметр удовлетворяет перечисленным требованиям.

7.2 Опробование

7.2.1 Проверка работоспособности. Проверка идентификации ПО

7.2.1.1 Включить спектрофлуориметр и персональный компьютер к сети.

7.2.1.2 Соединить интерфейсным кабелем RS 9-9 разъем с маркировкой «RS 232» на задней панели спектрофлуориметра с разъемом «COM 1» («COM 2») персонального компьютера (ПК).

7.2.1.3 Включить сетевой выключатель спектрофлуориметра, при этом должна загореться световая индикация на нижнем кожухе прибора.

7.2.1.4 Запустить ПО СМ 2203. Для просмотра идентификационных данных ПО необходимо выбрать вкладку «О программе». В появившемся на экране окне отобразится наименование и номер версии ПО.

Спектрофлуориметр считается прошедшим поверку, если в главном окне программы появится сообщение об установлении связи со спектрофлуориметром, идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	СМ 2203
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.06
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	CRC 32

7.2.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в термостатируемом держателе кювет

7.2.2.1 Открыть крышку кюветного отделения и установить в гнездо держателя кювет термометр электронный ЛТ-300.

7.2.2.2 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 20 °С, для чего выполнить следующие операции:

- в программном обеспечении нажать кнопку «Т»;
- в появившемся окне «Термостат» в группе «Заданная температура» в поле ввода температуры установить значение температуры «20» °С и нажать кнопку «Включить термостат». Стартует процесс установки заданной температуры, при этом в информационном поле «Реальная температура» будет отображаться текущее значение температуры держателя кювет.

7.2.2.3 Через 20 мин снять показания термометра.

7.2.2.4 Снимать показания термометра с периодичностью 10 мин еще четыре раза.

7.2.2.5 Определяют абсолютную погрешность измерений температуры Δt_i в термостатируемом держателе кювет по формуле

$$\Delta t_i = t_{\text{изм } i} - t_{\text{уст}}, \quad (1)$$

где $t_{\text{изм } i}$ – i -е значение температуры, измеренное термометром электронным ЛТ-300 в термостатируемом держателе кювет, °С;

$t_{\text{уст}}$ – установленное значение температуры в термостатируемом держателе кювет, °С.

7.2.2.6 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 35 °С, а затем 50 °С, выполнив операции согласно п. 7.2.2.2-7.2.2.5.

Результаты поверки считаются положительными, если абсолютная погрешность измерений температуры Δt_i в термостатируемом держателе кювет будет соответствовать значениям, указанным в приложении А.

7.2.3 Проверка дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра

7.2.3.1 Для проверки дрейфа сигнала люминесценции используется белая бумага по [1].

7.2.3.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «FL» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.2.3.3 В строке меню Главного окна нажать вкладку «Кинетика», а затем клавишу «Кинетика FL».

7.2.3.4 В окне «Кинетика FL» установить следующие режимы:

- в группе «Длина волны, нм» в полях ввода « λ_1 » установить длину волны возбуждения для монохроматора возбуждения « E_x » – «320» нм, и длину волны регистрации для монохроматора регистрации « E_m » – «500» нм;

– в полях ввода «Щель, нм» установить величину выделяемого спектрального интервала для монохроматора возбуждения «Е_х» – «5,0» нм, для монохроматора регистрации «Е_м» – «5,0» нм;

– установить время усреднения «очень большое, 2.0»;

– установить периодичность 2 минуты»;

– установить чувствительность ФЭУ «низкая»;

– установить длительность 30 минут;

– галочка в строке «Авто «0» должна отсутствовать.

Примечание – В случае превышения сигнала более допустимого значения, необходимо уменьшить ширину щели (пример: 3,5 нм и (или) 4,0 нм).

7.2.3.5 Произвести измерение сигнала люминесценции бумаги в течение 30 мин, выполнив следующие операции:

– открыть крышку кюветного отделения и установить в держатель кювет полоску белой бумаги (полоску бумаги расположить по диагонали кюветного отделения). Закрыть крышку кюветного отделения (при всех измерениях, производимых на спектрофлуориметре, крышка кюветного отделения должна быть закрыта);

– в окне «Кинетика FL» нажать кнопку «Старт».

Процесс измерения сигнала в течение 30 мин будет отражаться в окне «График».

7.2.3.6 Среднее арифметическое сигнала люминесценции белой бумаги \bar{I} рассчитывается по формуле

$$\bar{I} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i, \quad (2)$$

где I_i – i -е измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах;

n – количество измерений, $n = 10$.

7.2.3.7 Значение \bar{I} можно определить с помощью ПО «СМ 2203», выполнив следующие операции:

– в Главном окне программы нажать кнопку «Калькулятор спектров», а затем клавишу «Калькулятор». Выбрать вкладку «Статистика», нажать кнопку «AVRG» (среднее арифметическое);

– в группе «Операнды» установить нужный массив и нажать кнопку «AVRG», в строке «Справка» появится результат.

7.2.3.8 Определить верхнее δ_v и нижнее δ_n значения дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, %, по формулам

$$\delta_v = \frac{I_{\max} - \bar{I}}{\bar{I}} \cdot 100, \quad (3)$$

$$\delta_n = \frac{I_{\min} - \bar{I}}{\bar{I}} \cdot 100, \quad (4)$$

где I_{\max} – максимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах;

I_{\min} – минимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги в относительных единицах.

Результаты проверки считают положительными, если нижнее δ_n и верхнее δ_v значения дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги будут соответствовать значениям, указанным в приложении А.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Проверка спектрального диапазона измерений

Проверку спектрального диапазона измерений осуществляют при определении абсолютной погрешности установки заданной длины волны согласно п. 7.3.1.1 и п. 7.3.1.2.

7.3.1.1 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения

7.3.1.1.1 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «рН» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.1.1.2 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 25 °С, согласно следующим операциям:

- в главном окне «Спектрофлуориметр СМ 2203» нажать клавишу «Термостат»;
- в поле «Заданная температура» установить значение 25 °С и нажать кнопку «Включить термостат».

Примечание – При достижении реальной температуры цвет надписи меняется с красного на зеленый.

7.3.1.1.3 В Главном окне выбрать вкладку «Контроль», а затем «Сканирование рН». В окне «Все диапазоны» выбрать «Ноль» и нажать на кнопку «Все диапазоны».

Примечание – При измерении крышка кюветного отделения спектрофлуориметра должна быть закрыта.

7.3.1.1.4 Открыть крышку кюветного отделения спектрофлуориметра и установить в держатель кювет светофильтр С7 из комплекта мер спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности. Закрыть крышку кюветного отделения.

Примечание – Маркировка на оправе светофильтра должна находиться вверху и быть обращена в сторону знака «∇», указывающего направление светового пучка.

7.3.1.1.5 В окне «Все диапазоны» установить режим «Измерение» и нажать кнопку «Все диапазоны (абс.погр.)».

Примечание – Если в программе «Контроль» диапазоны сканирования отличные от нормированных, тогда определение максимумов поглощения светофильтра осуществляется в программе «Спектр».

7.3.1.1.6 В Главном окне выбрать вкладку «Спектр», а затем «рН».

Установить параметры сканирования:

- длина волны – от 340 до 365 нм;
- щель – 1 нм;
- шаг – 0,1 нм;
- скорость – «очень быстрая».

Нажать клавишу «Ноль».

7.3.1.1.7 Измерить спектр поглощения светофильтра С7 в диапазоне длин волн от 340 до 365 нм.

7.3.1.1.8 Определить длину волны максимума поглощения светофильтра С7 в диапазоне длин волн от 348 до 352 нм.

7.3.1.1.9 Определить абсолютную погрешность установки заданной длины волны $\tilde{\Delta}\lambda_i$, нм, по формуле

$$\tilde{\Delta}\lambda_i = \lambda_{изм,i} - \lambda, \quad (5)$$

- где $\lambda_{изм,i}$ – i -е измеренное значение длины волны максимума поглощения светофильтра С7, нм;
 λ – длина волны максимума поглощения, указанная в свидетельстве о поверке светофильтра С7, нм.

7.3.1.1.10 Выполнить операции согласно п. 7.3.1.1.6 – 7.3.1.1.9 десять раз.

7.3.1.1.11 Измерить максимумы поглощения светофильтра С7 в диапазонах длин волн: от 580 до 590 нм; от 860 до 900 нм, согласно п. 7.3.1.1.6 – 7.3.1.1.10.

7.3.1.1.12 Определить СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны $\tilde{\sigma} [\dot{\Delta}\lambda]$, нм, по формуле

$$\tilde{\sigma} [\dot{\Delta}\lambda] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\tilde{\Delta}\lambda_i - \tilde{\Delta}_s \lambda)^2}{n-1}}; \quad (6)$$

$$\tilde{\Delta}_s \lambda = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tilde{\Delta}\lambda_i, \quad (7)$$

где n – количество измерений, $n = 10$;

$\tilde{\Delta}_s \lambda$ – значение систематической составляющей абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм.

Результаты поверки считаются положительными, если значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta}\lambda_i$ установки заданной длины волны и значения СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma} [\dot{\Delta}\lambda]$ установки заданной длины волны соответствуют значениям, указанным в приложении А.

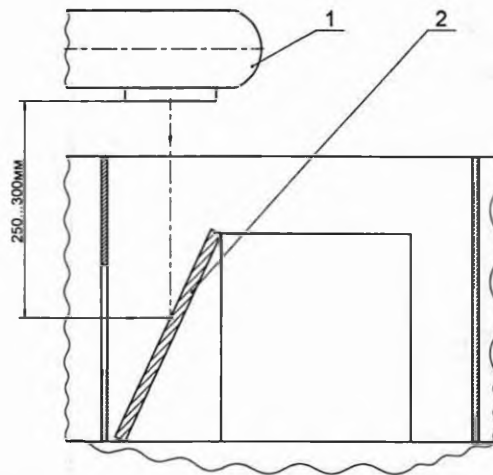
7.3.1.2 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны для монохроматора регистрации

7.3.1.2.1 Для определения абсолютной погрешности и СКО используется дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС.

Примечание – Линии излучения ртути (Hg) с длинами волн 253,7 и 435,8 нм и линия излучения гелия (He) с длиной волны 706,5 нм. Данные линии взяты из таблиц спектральных линий этих элементов.

7.3.1.2.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «FL» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.1.2.3 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 25 °С согласно п. 7.2.2. Собрать схему освещения входной щели монохроматора регистрации в соответствии с рисунком 1.



1 – дуговая ртутно-гелиевая спектральная лампа ДРГС;
2 – белая бумага

Рисунок 1 – Схема освещения входной щели монохроматора регистрации

7.3.1.2.4 В Главном окне выбрать вкладку «Контроль», а затем «Сканирование FL». Нажать кнопку «Все диапазоны».

7.3.1.2.5 Измерить спектр излучения лампы ДРГС в диапазоне длин волн от 248 до 258 нм.

7.3.1.2.6 Определить длину волны максимума излучения лампы ДРГС в диапазоне длин волн от 248 до 258 нм.

7.3.1.2.7 Определить абсолютную погрешность установки заданной длины волны $\tilde{\Delta\lambda}_i$, нм, по формуле (5),

где $\lambda_{изм,i}$ – i – измеренное значение длины волны максимума излучения лампы ДРГС, нм;

λ – длина волны максимума излучения лампы ДРГС, соответствующая линии излучения Hg с длиной волны 253,7 нм.

7.3.1.2.8 Выполнить операции согласно п.7.3.1.2.5 – 7.3.1.2.7 десять раз.

7.3.1.2.9 Определить СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны, нм, по формуле (6).

7.3.1.2.10 Измерить максимумы излучения лампы ДРГС в диапазонах длин волн: от 430 до 440 нм; от 700 до 712 нм. Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta\lambda}_i$ и СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны, выполнив операции согласно п. 7.3.1.2.5 – 7.3.1.2.9.

Результаты поверки считаются положительными, если значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta\lambda}_i$ установки заданной длины волны и значения СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma}[\Delta\lambda]$ установки заданной длины волны соответствуют значениям, указанным в приложении А.

7.3.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

Проверку диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра осуществляют при определении абсолютной погрешности измерения массовой концентрации фенола в воде согласно п. 7.3.2.1.

7.3.2.1 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

7.3.2.1.1 Для определения абсолютной погрешности и СКО используются поверочные растворы фенола в воде с массовой концентрацией 0,02; 0,05; 0,2; 1,0; 5,0 и 8,0 мг/дм³, приготовленных согласно «Методике приготовления поверочных растворов фенола», указанной в Приложении В.

7.3.2.1.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «FL» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.2.1.3 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 20 °С, согласно п. 7.2.2.

Примечание – Температура поверочных растворов не должна отличаться от установленной температуры кюветного отделения более, чем на 0,5 °С.

7.3.2.1.4 В Главном окне выбрать вкладку «Концентрация», а затем «Точечная FL». Далее нажать «Настройка» и установить:

- в группе «Длина волны, нм» в полях ввода «λ1» установить длину волны возбуждения для монохроматора возбуждения «Е_х» – «260» нм, и длину волны регистрации для монохроматора регистрации «Е_м» – «300» нм;

- в полях ввода «Щель, нм» установить величину выделяемого спектрального интервала для монохроматора возбуждения «Е_х» – «5» нм, для монохроматора регистрации «Е_м» – «5» нм;

- в поле ввода «Ед. изм.» установить единицу измерения концентрации – «мг/л».

7.3.2.1.5 Произвести измерение фонового сигнала рассеяния дистиллированной воды, выполнив следующие операции:

- открыть крышку кюветного отделения и установить в держатель кювет кварцевую кювету на две трети заполненную дистиллированной водой. Закрыть крышку кюветного отделения;

- во вкладке «Концентрация», «Точечная FL» нажать «Холостая проба».

7.3.2.1.6 Произвести построение калибровочного графика по трем растворам фенола в воде с массовой концентрацией 0,02; 1,0 и 8,0 мг/дм³, выполнив следующие настройки:

- установить галочку «Холостая проба»;

- в группе «Калибровка» выбрать «График линейный»;

- в таблице «Результаты измерений» в строке столбца «С, мг/дм³» установить значение массовой концентрации раствора фенола в воде – «0,02» мг/дм³;

- установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³ в держатель кювет и закрыть крышку кюветного отделения;

- нажать кнопку «Старт»;

- в таблице во второй строке столбца «С, мг/дм³» установить значение массовой концентрации раствора фенола в воде – «1,0» мг/дм³;

- установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³ в держатель кювет и закрыть крышку кюветного отделения;

- нажать кнопку «Старт»;

– в таблице в третьей строке столбца «С, мг/дм³» установить значение массовой концентрации раствора фенола в воде – «8,0» мг/дм³;

– установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ в держатель кювет и закрыть крышку кюветного отделения;

– нажать кнопку «Старт», а затем «Расчет».

7.3.2.1.7 Установить кювету с раствором фенола в воде с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³ в держатель кювет, закрыть крышку кюветного отделения и в окне «Точечная FL» нажать кнопку «Старт». В строке столбца «С, мг/дм³» появится измеренное значение концентрации.

7.3.2.1.8 Определить абсолютную погрешность при измерении массовой концентрации фенола в воде $\tilde{\Delta}C$, мг/дм³, по формуле

$$\tilde{\Delta}C = C_{\text{изм}} - C, \quad (8)$$

где $C_{\text{изм}}$ – измеренное значение массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³;

C – действительное значение массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³.

7.3.2.1.9 Вычислить предел допускаемой абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде $\Delta_p C$, мг/дм³, для диапазона свыше 0,2 мг/дм³, по формуле

$$\Delta_p C = \pm (0,004 + 0,2 \cdot C). \quad (9)$$

7.3.2.1.10 Выполнить операции согласно п. 7.3.2.1.6 – 7.3.2.1.8 десять раз.

7.3.2.1.11 Определить СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде $\tilde{\sigma} [\dot{\Delta}C]$, мг/дм³, по формуле

$$\tilde{\sigma} [\dot{\Delta}C] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta C_i - \tilde{\Delta}_s C)^2}{n-1}}; \quad (10)$$

$$\tilde{\Delta}_s C = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta C_i, \quad (11)$$

где n – количество измерений, $n = 10$;

$\tilde{\Delta}_s C$ – значение систематической составляющей абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³.

7.3.2.1.12 Вычислить предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде $\sigma_p [\dot{\Delta}C]$, мг/дм³, по формуле

$$\sigma_p [\dot{\Delta}C] = 0,001 + 0,05 \cdot C \quad (12)$$

7.3.2.1.13 Измерить концентрацию остальных растворов фенола в воде, начиная с раствора с меньшей концентрацией. Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta C}$ и СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma} [\Delta C]$ при измерении массовой концентрации фенола в воде согласно п.7.3.2.1.8, 7.3.2.1.11.

Результаты считаются положительными, если значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta C}$, и СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma} [\Delta C]$ при измерении массовой концентрации фенола в воде, соответствуют значениям, указанным в приложении А.

7.3.3 Проверка диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра

Проверку диапазона измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра осуществляют при определении абсолютной погрешности измерения оптической плотности в режиме спектрофотометра согласно п. 7.3.3.1.

7.3.3.1 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра

7.3.3.1.1 Для определения используются светофильтры С1...С4 из комплекта мер спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности на длинах волн 250; 600 и 960 нм, для светофильтров С5, С6 – на длинах волн 340; 600 и 960 нм.

7.3.3.1.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «рН» и закрыть крышку кюветного отделения.

7.3.3.1.3 Установить температуру термостатируемого держателя кювет 25 °С, согласно п. 7.2.2.

7.3.3.1.4 В Главном окне выбрать вкладку «Контроль», а затем «Фотометрия». Установить параметры:

- в меню «Режим» установить время усреднения «Очень большое, 2.0» и нажать кнопку «Применить»;
- в поле ввода «Щель, нм» – «2» нм;
- в таблице «Результаты контроля» нажать кнопку «Ноль»;
- установить поочередно светофильтры, нажимая на соответствующие наименования светофильтра в таблице «Результаты контроля».

7.3.3.1.5 Определить абсолютную погрешность при измерении оптической плотности светофильтра С1 $\tilde{\Delta D}$, Б, на каждой заданной длине волны по формуле

$$\tilde{\Delta D} = D_{изм,i} - D, \quad (13)$$

где $D_{изм,i}$ – i -е измеренное значение оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, Б;

D – действительное значение оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, указанное в свидетельстве о проверке, Б.

7.3.3.1.6 Вычислить пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta_p D$ при измерении оптической плотности светофильтра С1, Б, на каждой заданной длине волны по формуле

$$\Delta_p D = \pm (0,005 + 0,05 \cdot D) \quad (14)$$

7.3.3.1.7 Выполнить операции согласно п. 7.3.3.1.4 – 7.3.3.1.5 десять раз.

7.3.3.1.8 Определить СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1 $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}D]$, Б, на каждой заданной длине волны, по формуле

$$\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}D] = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta D_i - \tilde{\Delta}_s D)^2}{n-1}}; \quad (15)$$

$$\tilde{\Delta}_s D = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta D_i, \quad (16)$$

где n – количество измерений, $n = 10$;

$\tilde{\Delta}_s D$ – значение систематической составляющей абсолютной погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1 на заданной длине волны, Б.

7.3.3.1.9 Вычислить пределы допускаемого СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности светофильтра С1 $\sigma_p[\dot{\Delta}D]$, Б, на каждой заданной длине волны по формуле

$$\sigma_p[\dot{\Delta}D] = 0,002 + 0,015 \cdot D. \quad (17)$$

7.3.3.1.10 Измерить оптическую плотность остальных светофильтров С2...С6 на заданных длинах волн. Определить абсолютную погрешность $\tilde{\Delta}D$ и СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}D]$, а также вычислить пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta_p D$ и пределы допускаемого СКО случайной составляющей погрешности $\sigma_p[\dot{\Delta}D]$, согласно п. 7.3.3.1.5 – 7.3.3.1.9.

Результаты считаются положительными, если все значения абсолютной погрешности $\tilde{\Delta}D$ и СКО случайной составляющей погрешности $\tilde{\sigma}[\dot{\Delta}D]$ при измерении оптической плотности, соответствуют значениям, указанным в приложении А.

7.3.4 Определение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра

7.3.4.1 Для определения уровня мешающего излучения используется светофильтр ЖС-4 и С3 из комплекта мер спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности на длинах волн 250 и 340 нм.

7.3.4.2 Установить переключатель режимов работы в кюветном отделении спектрофлуориметра в положение «рН» и закрыть крышку кюветного отделения.

Установить температуру термостатируемого держателя кювет 25 °С, согласно п. 7.2.2.

В Главном окне выбрать вкладку «Контроль», а затем «Мешающее излучение». Установить следующие параметры:

- в окне «Режим» установить «Время усреднения» «очень большое, 2.0»;
- в таблице «Результаты Контроля» нажать «Ноль».

7.3.4.3 Установить в кюветное отделение светофильтр ЖС-4 (С3) и произвести измерение коэффициента пропускания на заданных длинах волн, нажав на кнопку с наименованием светофильтра в таблице «Результаты контроля».

7.3.4.4 Определить среднее арифметическое значение $\bar{T}_{ЖС}$ ($\bar{T}_{С3}$) коэффициента пропускания светофильтра на заданной длине волны по формуле

$$\bar{T}_{ЖС(С3)} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n T_i, \quad (18)$$

где T_i – i -е измеренное значение коэффициента пропускания светофильтра ЖС-4 (С3) на заданной длине волны, %;
 n – количество измерений, $n = 3$.

7.3.4.5 Определить значение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра на заданной длине волны SL по формуле

$$SL = \frac{\bar{T}_{С3} \cdot \bar{T}_{ЖС}}{100} \quad (19)$$

7.3.4.6 Результаты считаются положительными, если значение уровня мешающего излучения в режиме спектрофотометра соответствует значению, указанному в приложении А.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки заносят в протокол, форма которого приведена в приложении Б.

8.2 Если по результатам поверки спектрофлуориметр признан пригодным к применению, то на него и (или) эксплуатационную документацию наносят поверительное клеймо и (или) выдают свидетельство о поверке по форме, установленной в ТКП 8.003 (приложение Г).

8.3 Если по результатам поверки спектрофлуориметр признан непригодным к применению, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют и выписывают заключение о непригодности по форме ТКП 8.003 (приложение Д) с указанием причин. Спектрофлуориметр к применению не допускается.

Приложение А
(справочное)

Метрологические характеристики спектрофлуориметра

Метрологические характеристики спектрофлуориметра должны соответствовать значениям, приведенным в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование параметра, единицы измерения	Значение
Диапазон установки температуры, °С	от плюс 20 до плюс 50
Абсолютная погрешность измерения температуры в термостатируемом держателе кювет в диапазоне от плюс 25 °С до плюс 40 °С	± 0,5
Абсолютная погрешность измерения температуры в термостатируемом держателе кювет в диапазоне от плюс 20 °С до плюс 25 °С; от плюс 40 °С до плюс 50 °С	±1,0
Дрейф сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра, %	± 5,0
Спектральный диапазон измерений в режиме спектрофлуориметра, нм	от 220 до 820
Спектральный диапазон в режиме спектрофотометра, нм	от 220 до 1000
Абсолютная погрешность установки заданной длины волны монохроматора возбуждения, нм	± 2,0
СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения, нм	не более 0,2
Абсолютная погрешность установки заданной длины волны монохроматора регистрации, нм	± 1,0
СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора регистрации, нм	не более 0,2
Диапазон измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра, мг/дм ³	от 0,02 до 8,0
Абсолютная погрешность при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра в диапазоне от 0,02 до 0,2 мг/дм ³	0,04
Абсолютная погрешность при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра в диапазоне свыше 0,2 мг/дм ³	$\Delta_p C = \pm (0,004 + 0,2 \cdot C)$
СКО случайной составляющей погрешности при измерении массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра, мг/дм ³	$\sigma_p [\Delta C] = 0,001 + 0,05 \cdot C$
Диапазон измерений оптической плотности в режиме спектрофотометра, Б	от 0 до 2,0
Абсолютная погрешность при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра, Б	$\Delta_p D = \pm (0,005 + 0,05 \cdot D)$
СКО случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности в режиме спектрофотометра, Б	$\sigma_p [\Delta D] = 0,002 + 0,015 \cdot D$
Уровень мешающего излучения в режиме спектрофотометра на длине волны 250 нм, %	не более 0,5
Уровень мешающего излучения в режиме спектрофотометра на длине волны 340 нм, %	не более 0,05

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

наименование организации, проводящей поверку

Протокол № _____

поверки Спектрофлуориметр
наименование средства измерений

тип СМ 2203

№ _____

принадлежащего _____
наименование организации

Изготовитель _____
наименование

Место проведение поверки _____
наименование организации

Дата проведения поверки _____
с.....по

Поверка проводится по _____
обозначение документ, по которому проводится поверка

Средства поверки:

Таблица 1

Наименование средства измерений, тип	Заводской номер

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____
- относительная влажность воздуха _____
- атмосферное давление _____

Результаты поверки

1 Внешний осмотр: _____
(соответствует/не соответствует)

2 Опробование _____
(соответствует/не соответствует)

2.1 Проверка работоспособности. Проверка идентификации ПО: _____
(соответствует/не соответствует)

2.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в термоста-
тируемом держателе кювет

Таблица 2

Установленное значение температуры в термоста- тируемом держателе кю- вет, $t_{уст}, ^\circ\text{C}$	i-е измеренное значе- ние температуры тер- мометром в термоста- тируемом держателе кювет, $^\circ\text{C}$	Абсолютная погрешность измерений температуры $\Delta t_i, ^\circ\text{C}$	Допускаемое откло- нение абсолютной погрешности изме- рений температуры, $^\circ\text{C}$	Заключе- ние о со- ответствии

2.3 Проверка дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра

Таблица 3

i-е измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги I_i , отн. ед.	Среднее арифметическое значение сигнала люминесценции белой бумаги, \bar{I} , отн. ед.	Максимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги, I_{max} , отн. ед.	Минимальное измеренное значение сигнала люминесценции белой бумаги, I_{min} , отн. ед.	Верхнее значение дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, $\delta_{в,1}$ %	Нижнее значение дрейфа сигнала люминесценции белой бумаги, $\delta_{н,1}$ %	Допускаемое значение дрейфа сигнала люминесценции в режиме спектрофлуориметра, %	Заключение о соответствии

3 Определение метрологических характеристик

3.1 Проверка спектрального диапазона измерений

_____ (соответствует/не соответствует)

3.2 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора возбуждения

Таблица 4

Длина волны максимума поглощения, указанная в свидетельстве о поверке светофильтра С7, λ , нм	i-е измеренное значение длины волны максимума поглощения светофильтра С7, $\lambda_{изм,i}$, нм	Абсолютная погрешность установки заданной длины волны, $\tilde{\Delta}\lambda_i$, нм	Допускаемое значение абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм	СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны, $\tilde{\sigma} [\Delta\lambda]$, нм	Допускаемое значение СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны, нм

3.3 Определение абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны монохроматора регистрации

Таблица 5

Длина волны максимума излучения лампы ДРГС, соответствующая линии излучения Hg, λ , нм	i-е измеренное значение длины волны максимума излучения лампы ДРГС, $\lambda_{изм,i}$, нм	Абсолютная погрешность установки заданной длины волны, $\tilde{\Delta}\lambda_i$, нм	Допускаемое значение абсолютной погрешности установки заданной длины волны, нм	СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны, $\tilde{\sigma} [\Delta\lambda]$, нм	Допускаемое значение СКО случайной составляющей погрешности установки заданной длины волны, нм

3.4 Проверка диапазона измерений массовой концентрации фенола в воде в режиме спектрофлуориметра

_____ (соответствует/не соответствует)

Приложение В (обязательное)

Методика приготовления поверочных растворов фенола

В.1 Назначение

Настоящая методика предназначена для приготовления поверочных растворов фенола в воде с массовыми концентрациями 0,02; 0,05; 0,2; 1,0; 5,0 и 8,0 мг/дм³ для определения абсолютной погрешности и СКО при измерении массовой концентрации фенола в воде.

Примечание – При наличии методики выполнения измерений (далее – МВИ) допускается использовать другие вещества, люминесцирующие в спектральной области от 220 до 820 нм.

В.2 Реактивы, материалы и средства измерений, используемые для приготовления поверочных растворов

В 2.1 Средства измерений

Средства измерений, необходимые для приготовления поверочных растворов, указаны в таблице В.1.

Таблица В.1 – Средства измерений

Наименование средства измерений	Метрологические характеристики
Колбы мерные по ГОСТ 1770-74	2-100-2
Пипетки по ГОСТ 29169-91	2-2-5; 2-2-10; 2-2-20; 2-2-25; 2-2-50
Стакан по ГОСТ 25336-82	Н-1-100
Примечание – Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены (калиброваны) в установленные сроки	

В 2.2 Вспомогательные устройства и материалы

Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72

В 2.3 Реактивы

ГСО состава раствора фенола ГСО РБ 1905-2015

В.3 Требования безопасности

По степени воздействия на организм человека, растворы фенола в воде отнесены ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

Содержание фенола в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимой концентрации 0,3 мг/м³ в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Агрегатное состояние фенола в воздухе рабочей зоны – пары.

При приготовлении растворов следует соблюдать меры предосторожности.

В.4 Требования к квалификации

К выполнению работ по приготовлению растворов в соответствии с настоящей методикой и к обслуживанию применяемых средств измерений допускаются лица, прошедшие производственное обучение и инструктаж по технике безопасности.

В.5 Приготовление растворов

В 5.1 Общие указания

Государственный стандартный образец состава раствора фенола (далее – ГСО фенола), необходимый для приготовления поверочных растворов, находится в запаянной маркированной стеклянной ампуле. Объем ГСО фенола в ампуле составляет не менее 1,0 см³.

Примечание – Не допускаются к использованию ампулы ГСО фенола с наружными повреждениями. Ампулу с ГСО фенола вскрывают непосредственно перед использованием, после вскрытия – хранению не подлежит.

Дистиллированную воду для приготовления поверочных растворов перед использованием кипятят, охлаждают и хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой во избежание насыщения кислородом воздуха. Срок хранения – 1 сутки.

Приготовление поверочных растворов следует осуществлять в помещении при температуре окружающего воздуха от плюс 15 °С до плюс 25 °С, а использовать – при температуре от плюс 18 °С до плюс 22 °С.

В 5.2 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³

Взять ампулу ГСО фенола и отобрать с помощью пипетки 5 мл объем, равный 0,8 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В 5.3 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 5,0 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ отобрать с помощью пипеток (5, 10 и 50 мл) объем, равный 62,5 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В 5.4 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 5,0 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 20 мл объем, равный 20,0 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В 5.5 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,2 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 20 мл объем, равный 20,0 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В 5.6 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 0,2 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 25 мл объем, равный 25,0 см³ и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В 5.7 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией 0,02 мг/дм³

Из раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³ отобрать с помощью пипетки 20 мл объем, равный 40,0 см³, и перенести в мерную колбу объемом 100 см³. Довести до метки с помощью дистиллированной воды.

В.6 Хранение растворов

Поверочные растворы хранят в плотно закрытых колбах при температуре от плюс 18 °С до плюс 22 °С не более 8 ч. На каждой колбе должно быть указано наименование раствора, дата приготовления и срок годности.

Приложение Г
(обязательное)

Расчет погрешности приготовления поверочных растворов фенола

При расчете погрешности приготовления поверочных растворов учитывались погрешности ГСО фенола и мерной посуды, приведенных в таблицах Г.1 и Г.2.

Таблица Г.1 – Пипетки по ГОСТ 29169-91

Номинальная вместимость, см ³	Допускаемая погрешность, см ³
5	± 0,03
10	± 0,04
20	± 0,06
25	± 0,06
50	± 0,10

Таблица Г.2 – Колбы мерные по ГОСТ 1770-74

Номинальная вместимость, см ³	Допускаемая погрешность, см ³
100	0,2

Массовую концентрацию фенола в приготовленных растворах C_j , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C_j = C_i \frac{V_i}{V_j}, \quad (\text{Г.1})$$

- где C_i – массовая концентрация фенола в исходном растворе, мг/дм³;
 V_i – объем раствора с массовой концентрацией C_i , взятый для приготовления данного раствора, см³;
 V_j – объем приготовленного поверочного раствора, см³.

Относительную погрешность приготовления поверочного раствора с массовой концентрацией 8,0 мг/дм³ Θ_j , %, вычисляют по формуле

$$\Theta_j = \sqrt{\Theta_{0i}^2 + \Theta_{vi}^2 + \Theta_{vj}^2}, \quad (\text{Г.2})$$

- где Θ_{0i} – относительная погрешность аттестованного значения ГСО, %;
 Θ_{vi} – относительная погрешность измерения объема V_i при помощи пипетки, %;
 Θ_{vj} – относительная погрешность измерения объема V_j при помощи мерной колбы, %.

Относительную погрешность приготовления остальных поверочных растворов Θ_j , %, вычисляют по формуле

$$\Theta_j = \sqrt{\Theta_i^2 + \Theta_{vi}^2 + \Theta_{vj}^2}, \quad (\text{Г.3})$$

- где Θ_i – относительная погрешность приготовленного ранее исходного поверочного раствора, %.

Относительную погрешность измерения объема Θ_{vi} (Θ_{vj}), %, вычисляют по формуле

$$\Theta_{vi(vj)} = \frac{\Delta V_{vi(vj)}}{V_{vi(vj)}} \cdot 100 \%, \quad (\text{Г.4})$$

- где $\Delta V_{vi(vj)}$ – допускаемая погрешность от номинальной вместимости, см³;
 $V_{vi(vj)}$ – объем исходного или приготовленного поверочного раствора, см³.

Результаты расчета относительной погрешности приготовления поверочных растворов приведены в таблице Г.3.

Таблица Г.3 – Результаты расчета относительной погрешности приготовления поверочных растворов

Номер поверочного раствора	Массовая концентрация фенола, мг/дм ³	Относительная погрешность, %
1	8,0	1,2
2	5,0	1,4
3	1,0	1,4
4	0,2	1,4
5	0,05	1,4
6	0,02	1,5

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	Номера листов				Всего листов в докум.	№ докум.	Входящий № сопроводительного докум. и дата	Подп.	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					

Библиография

[1] ТУ 5438-094-00279404-00 Бумага для офисной техники

[2] СИДТ 2.851.054 РЭ Спектрофлуориметр СМ 2203. Руководство по эксплуата-

ции