

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

"Всесоюзный научно-исследовательский институт
оптико-физических измерений (ВНИИОФИ)

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ВНИИОФИ

А.И. Трубников / А.И. Трубников

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрофотометры

для ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной области спектра

Методика проверки

МИ 1249-86

УДК

ФГУП "МОСКОВСКИЙ ЦОМ"	
Актуализация	
Дата	10.01.2007 г.
Подпись	<i>[Подпись]</i>

Группа Т88.4

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Государственная система обеспечения
единства измерений

СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ ДЛЯ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОЙ

ВИДИМОЙ И БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ

Впервые

ОБЛАСТИ СПЕКТРА

Методика поверки

ОКН 44 3440

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам
от "___" _____ 19___ г. №___ срок введения установлен
с _____

Настоящие методические указания распространяются на рабочие отечественные и импортные спектрофотометры для измерения коэффициентов пропускания или отражения в ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной области спектра (200–2500 нм), абсолютная погрешность фотометрической шкалы которых не менее 0,5% и устанавливает методику их первичной и периодических поверок.

Основные технические требования спектрофотометров приведены в справочном приложении I.

I. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

I.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства поверки с характеристиками, указанными в таблице*

*Возможно применение средств поверки, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик проверяемых спектрофотометров при условии прохождения ими метрологической аттестации в соответствии с ГОСТ 8.382-80.

Наименование операций	Номер пункта методических указаний	Наименование образцового средства измерений или вспомогательного средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
Внешний осмотр	4.1.	-
Спробование	4.2.	Светофильтр из стекла ПС7 по ГОСТ 9411-81 Мегомметр по ГОСТ 23706-79 Секундомер по ГОСТ 5072-79Б
Определение погрешности шкалы длин волн	4.3.	Ртутно-гелиевая лампа ДРГС-12 Водородная лампа ДВС-25 Светофильтр из стекла ПС7 по ГОСТ 9411-81, с метрологическими характеристиками по ГОСТ 8.101-80
Проверка ширины оптической апаратной функции	4.4.	Водородная лампа ДВС-25 Дейтериевая лампа ДДС-30
Определение погрешности фотометрической шкалы спектрофотометра	4.5.	Комплекты образцовых нейтральных светофильтров КС-100, КС-101 номер Госреестра 7821-80. Комплект образцовых светофильтров КС-102. Погрешность аттестации по величине спектрального коэффициента пропускания в диапазоне 1-90% не превосходит соответственно 0,1-0,3%; для КС-102 - номер Госреестра 9117-83
Определение случайной составляющей погрешности спектрофотометра	4.6.	- " -
Определение уровня мешающего излучения	4.7.	Светофильтры из стекла КС-8 и УФС-2, УФС-6 по ГОСТ 9411-81 с толщиной в пределах (1-2 мм)

Наименование операций	Номер пункта методических указаний	Наименование образцового средства измерений или вспомогательного средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
Проверка градуировки фотометрической шкалы при измерениях коэффициентов зеркального отражения	4.8.	Зеркало с родиевым покрытием, аттестованное по величине коэффициента зеркального отражения в отдельных точках спектра с погрешностью не более 0,5%. Клиновидная пластинка с углом клина равным 10%, изготовленная из стекла К-8 по ГОСТ 3514-76, аттестованная по величине коэффициента зеркального отражения в отдельных точках спектра с погрешностью не более 0,1%.
Проверка градуировки фотометрической шкалы при измерениях коэффициента диффузного отражения	4.9.	Пластинки из стекла ОНС-1, ОНС-2, ОНС-3, ОНС-4 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 8.205-75

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, указанные в "Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей".

2.2. Во избежание поражений электрическим током корпус спектрофотометра должен быть заземлен. Сопротивление заземляющего провода не более 3 Ом.

2.3. При работе с лампами в ультрафиолетовой области спектра следует предохранять глаза от воздействия ультрафиолетового излучения, испускаемого лампами, для чего рекоменду-

ется пользоваться стеклянными светозащитными очками. После юстировки ламп на осветитель следует надеть кожух и при работе спектрофотометра не снимать его.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$

относительная влажность воздуха $(65 \pm 15) \%$

атмосферное давление $(84 - 106) \text{ кПа}$ $(630 - 795) \text{ мм.рт.ст.}$

напряжение сети питания $(220 \pm 22) \text{ В}$

частота сети питания $(50 \pm 0,5) \text{ Гц}$

Прибор должен быть установлен так, чтобы на него не попадал прямой солнечный свет и отопительные приборы находились не ближе 1,5 м.

3.2. Продолжительность предварительного прогрева спектрофотометра должна быть не меньше времени, указанного в инструкции по эксплуатации.

3.3. Работа на спектрофотометре должна производиться в соответствии с его техническим описанием и инструкцией по эксплуатации.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

4.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие прибора следующим требованиям:

комплектность прибора (за исключением ЗИПа в случае периодической поверки) должна удовлетворять требованиям технического описания и паспорта;

надписи, отметки и указатели шкал должны быть четкими;

интегрирующий шар (если он имеется) не должен иметь видимых глазом повреждений и загрязнений отражающей поверхности.

4.2. О п р о б о в а н и е

4.2.1. Опробование спектрофотометра проводят в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на спектрофотометр конкретного типа.

4.2.2. При опробовании спектрофотометра должно быть установлено отсутствие механических и электрических повреждений или неисправностей, влияющих на нормальную работу.

4.2.3. Юстировка источника излучения должна быть проведена так, чтобы заполнение светом диспергирующего элемента было полным и равномерным.

На помещенном в кюветное отделение листе белой бумаги должно быть равномерно освещенное световое пятно прямоугольной формы с резко очерченными краями.

Правильность юстировки источников проверяют для каждого источника света, с которым производят измерение, а также при замене источника.

4.2.4. Для спектрофотометров с автоматическим сканированием спектра при отсутствии в кюветном отделении образцов производится запись спектра во всей рабочей области. Амплитуда отклонения записанной линии от прямолинейной (или от другой заданной формы) не должна превосходить значения, указанного в техническом описании на спектрофотометр.

4.2.5. Для спектрофотометров с ручным сканированием спектра определяют размеры геометрической ширины щели, при которых в отсутствии образцов в кюветном отделении на краях спектрального диапазона могут быть установлены отсчеты, соответствующие коэффициенту пропускания, равному 100%. Размеры щели не должны превосходить данных в техническом описании на спектрофотометр.

4.2.6. Проверка электрического сопротивления изоляции производится после ремонта при помощи мегомметра с испытательным напряжением 1000 В и пределами измерений сопротивления 0 и 100 МОм следующим образом: выключить вилку соединительного шнура сетевого питания из розетки; подключить один из выводов мегомметра поочередно к каждому из двух штырей вилки, а другой – к клемме заземления спектрофотометра; убедиться, что сопротивление изоляции не менее 100 МОм.

4.2.7. Для спектрофотометров с автоматическим сканированием спектра записывают спектр поглощения стекла PC7. Число и форма линий, записанных на спектрограмме, должны соответствовать контрольной записи, прилагаемой к спектрофотометру.

4.2.8. Определяют с помощью секундомера интервал времени в течение которого отсчетное устройство спектрофотометра при открытии и закрытии оптического канала устанавливается с отсчета 0 на отсчет 100% и обратно. Величина этого интервала времени не должна превышать значения, указанного в техническом описании, или при отсутствии нормирования не должна затруднять проведение поверки.

4.3. О п р е д е л е н и е п о г р е ш н о с т и ш к а л ы д л и н в о л н

4.3.1. Погрешность шкалы длин волн определяют как разность между значениями длин волн, соответствующими максимумам поглощения или излучения используемых образцовых средств определяемыми при помощи поверяемого спектрофотометра и действительными значениями этих длин волн, взятыми из свидетельства об аттестации или паспорта на образцовое средство измерения.

Действительные значения длин волн и процедура определения положения указанных максимумов для каждого определенного типа спектрофотометра должны быть приведены в техническом описании на спектрофотометр.

4.3.2. Погрешность градуировки определяют по формуле:

$$\Delta \lambda = \lambda_i - \lambda_g \quad (I)$$

где λ_i - значение длины волны, определяемое при помощи спектрофотометра;

λ_g - действительное значение длины волны, взятое из технического описания или из свидетельства об аттестации образцового средства.

4.3.3. Наибольшее из значений $\Delta \lambda$ при 3-х кратном его определении не должно превышать допускаемых значений, указанных в техническом описании прибора.

4.4. П р о в е р к а ш и р и н ы о п т и ч е с к о й а п п а р а т н о й ф у н к ц и и

4.4.1. Проверка выделяемого спектрального интервала проводится для спектрофотометров с автоматическим сканированием по спектру, имеющих в комплекте водородную или дейтериевую лампу.

В соответствии с инструкцией по эксплуатации устанавливают однолучевой режим работы спектрофотометра, наименьшую скорость сканирования, и прописывают линию излучения водорода или дейтерия с длиной волны максимума, равной 656,3 нм или 656,1 соответственно.

С графика записанной линии снимают значения длин волн, соответствующие половине максимальной ординаты.

Разность между значениями этих длин волн не должна превышать величины, указанной в техническом описании работающего прибора.

4.5. О п р е д е л е н и е п о г р е ш н о с т и ф о т о м е т р и ч е с к о й ш к а л ы с п е к т р о ф о т о м е т р а

4.5.1. В соответствии с инструкцией по эксплуатации на спектрофотометр измеряют коэффициенты пропускания или оптической плотности светофильтров из комплекта КС-100 или КС-101, или КС-102 во всех точках спектра, указанных в свидетельстве об аттестации светофильтров. Измерения повторяют 3 раза.

4.5.2. Определяют погрешность фотометрической шкалы спектрофотометра как наибольшую из разностей между действительными значениями коэффициентов пропускания, взятыми из свидетельства об аттестации или паспорта на светофильтры, и значениями, полученными в результате 3-кратных измерений для каждой точки спектра на поверяемом приборе.

Погрешность фотометрической шкалы не должна превышать допускаемых значений, указанных в техническом описании на спектрофотометр.

4.6. Определение случайной составляющей погрешности спектрофотометра

4.6.1. В двух точках спектра, на 10 нм отстающих от краев спектрального диапазона работы спектрофотометра, измеряют по 5 раз коэффициент пропускания одного из образцовых фильтров, имеющего в этих точках номинальное значение коэффициента пропускания в пределах (20–80)%. Перед каждым измерением спектрофотометр должен заново настраиваться на выбранную длину волны, и светофильтр перед каждым измерением должен заново вставляться в кюветное отделение.

4.6.2. Для каждой из двух упомянутых в п.4.6.1 точек спектра определяется оценка среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений по формуле

$$\tilde{\sigma}(\Delta) = \frac{1}{2} \sqrt{\sum_{i=1}^5 (\bar{\tau} - \tau_i)^2}, \quad (2)$$

где τ_i – i -ый результат измерения коэффициента пропускания
($i = 1, 2, 3, 4, 5$);

$\bar{\tau}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений коэффициентов пропускания.

Большая из полученных двух оценок определяет случайную составляющую погрешность спектрофотометра. Значение ее не должно превышать допускаемого значения, указанного в техническом описании на спектрофотометр.

4.7. Определение уровня мешающего излучения

4.7.1. Определение уровня мешающего излучения производится последовательным измерением коэффициентов пропускания светофильтров из стекла НС-8 и УФС-2 или УФС-6 при длине волны, для которой нормировано это значение в техническом описании.

Измерения производятся относительно образца, имеющего коэффициент пропускания около 1% при данной длине волны (например, диафрагмы, сетки, образцы из набора КС-100 или КС-101).

Определяется коэффициент пропускания светофильтра из стекла НС-8 по формуле:

$$\tau_i = \frac{n \tau_{сгн}}{100} \quad , \quad (3)$$

где n — отсчет по шкале прибора, %;

$\tau_{сгн}$ — значения коэффициента пропускания образца, относительно которого проводится измерение, %.

Затем, указанным выше способом, определяется коэффициент пропускания светофильтра из стекла УФС-2, или УФС-6.

Уровень мешающего излучения вычисляется по формуле

$$\tau_M = \tau_i + \tau_2 \quad , \quad (4)$$

где τ_1 и τ_2 — значения коэффициентов пропускания светофильтров НС-8 и УФС-2, или УФС-6.

4.8. Проверка градуировки

фотометрической шкалы при измерениях коэффициентов [зеркального отражения]

4.8.1. Измеряют коэффициенты отражения родиевого зеркала и (или) в зависимости от диапазона работы прибора пластинки из стекла КЗ) в точках спектра, указанных в свидетельстве о метрологической аттеста-

ции. Измерения повторяют 3 раза. Определяют разности между измеренными значениями и действительными значениями из свидетельства об аттестации.

Наибольшая из полученных разностей не должна превосходить допускаемого значения погрешности измерений коэффициентов отражения, указанного в техническом описании на спектрофотометр.

4.9. Проверка градуировки

фотометрической шкалы при
измерениях коэффициентов диф-
фузного отражения

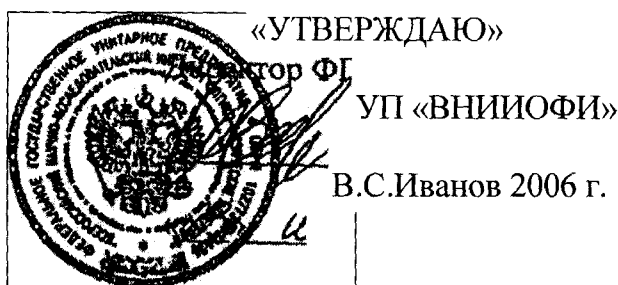
4.9.1. Измеряют коэффициенты отражения пластинок из стекол ОНС-1, ОНС-2, ОНС-3, ОНС-4 в точках спектра, указанных в свидетельстве о метрологической аттестации. Измерения повторяют 3 раза.

Определяют разности между измеренными значениями и действительными значениями из свидетельства об аттестации. Наибольшая из полученных разностей не должна превосходить допускаемого значения погрешности измерений коэффициентов диффузного отражения, указанного в техническом описании на спектрофотометр.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки ведется протокол по форме, приведенной в обязательном приложении 2.

5.2. Положительные результаты поверки должны оформляться:
при первичной поверке – записью в паспорте о годности к применению с подписью лица, выполнившего поверку, или выдачей свидетельства по форме, приведенной в обязательном приложении 3.
при периодической государственной поверке – выдачей свидетельства о государственной поверке по форме, установленной Госстандартом



Изменение № 1 к МИ 1249-86

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы, содержащим общие данные о поверяемом средстве измерения (наименование, тип, заводской, дата изготовления, владелец средства измерения или заказчик работы по поверке), сведения об условиях поверки, средствах поверки, результатах поверки».

Пункт 5.2. Последний абзац исключить.

указанного в техническом описании на спектрофотометр.

/Руководитель организации
п/я А-1795

Р.Г.Янпольский

/Руководитель организации
п/я А-3168

14.5.85 В.Н.Синцов

Зам.руководителя
предприятия п/я В-8883

22.03.85 Д.А.Мысык

Зам.руководителя
предприятия п/я Р-6681

В.И.Пучков

Начальник отдела

Е.А.Иозеп

Начальник лаборатории

25.1.85 В.Н.Конашенков

Начальник лаборатории

В.И.Беликов

Старший инженер

И.Ф.Шеремет

Старший инженер

Зубкова В.С.

Соисполнители

Зам.руководителя
предприятия п/я А-1705
Главный метролог

исх. 1703/3-63
от 15.02.85

Д.В.Сергеев
А.Н.Кузнецов
Ю.В.Любавский

Зам. Начальник отдела

Зам.директора НПО ВНИИОФИ исх. 619/1899
от 20.02.85

А.И.Трубников

Начальник отдела

В.И.Сачков

СОГЛАСОВАНО

Директор ВНИИИМТ исх. №51-СТ/2034
от 6.03.1985г.

В.И.Леонов

Зам.директора НИФХИ
по научной работе

исх. 120/1906
от 25.12.84

В.А.Макаров

Зам.командира
в/ч 55215

исх. № 438
от 28.02.85г.

Е.И.Сычев

Приложение I
Справочное

Основные технические требования к спектрофотометрам для ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной области спектра.

I. Рабочий спектральный диапазон, нм

СФ-4а	220-1100
СФ-16	186-1100
СФ-26	190-1100
СФ-14	400-750
СФ-18	400-750
СФ-8	200-2500
СФ-20	190-2500

2. Абсолютная погрешность градуировки шкалы длины волны в нм не должна превышать для СФ-4а; СФ-16; СФ-26

в области 190-300	0,1
300-350	0,2
350-400	0,3
400-550	0,5
550-1000	1,0
1000-1100	5,0

для СФ-8, СФ-18

в области

190-320	0,1
320-1000	0,2
1000-2500	0,4

для СФ-14, СФ-18

в области

400-750	1
---------	---

3. Погрешность фотометрической шкалы СФ-16, СФ-26 не должна быть более 1%, для СФ-4а - 1,5%.

Абсолютная погрешность спектрофотометров СФ-8, СФ-20 - не более 1% при измерении коэффициентов пропускания от 3 до 100%.

Абсолютная погрешность спектрофотометров СФ-14, СФ-18 - не более 0,5% при измерении коэффициентов пропускания.