

N2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ
СФ-56

Методика поверки

МИ-30.67.073-91
1/2862-91

Ф.У. "Пензенский центр
стандартизации, метрологии и сертификации"

Н Т Д

РАЗРАБОТАНЫ трижды ордена Ленина Ленинградским оптико-механическим объединением им. В.И.Ленина.

ИМПОЛНИТЕЛИ И.Д.Баранова, А.В.Малый
УТВЕРЖДЕНЫ Всесоюзным научно-исследовательским институтом оптико-физических измерений.

Настоящие методические указания распространяются на спектрофотометры СФ-56 ТУ 3-3.2367-91 и устанавливают методику их первичной и периодической поверок. Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции и применяться средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования и метрологические и основные характеристики	Проведение операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	3.1		да	да
Опробование	3.2		да	да
Определение абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания	3.3.1	Комплекты образцовых нейтральных светофильтров КС-100 (или КС-101) ТУ 3-3.1022-79 Погрешность аттестации $\leq 0,5\%$ Комплект образцовых нейтральных светофильтров КС-102 ТУ 3-3.450-83 Погрешность аттестации $\leq 0,2\%$	да	да
Определение абсолютной погрешности при установке длин волн	3.3.2	Лампа ДРГС-12 СУ 3.374.105 ТУ, спектральный диапазон линейчатого спектра от 226,2 до 1083,0 нм; Стандартный образец для спектрофотометрии ТАС-1 Госреестр № 12308-90	да	да

2 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха – $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха – (30–80) %;
- атмосферное давление – 84–107 кПа.

2.2 При работе со спектрофотометром следует соблюдать правила, изложенные в его техническом описании и инструкции по эксплуатации.

2.3 Образцовые светофильтры должны быть предварительно очищены, как указано в инструкции по чистке оптических деталей (приложение 2).

3 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие спектрофотометра следующим требованиям:

комплектность спектрофотометра должна соответствовать указанной в паспорте (допускается проводить периодическую поверку при неполном комплекте ЗИП);

спектрофотометр не должен иметь механических повреждений и неисправностей.

3.2 Опробование

3.2.1 Включить спектрофотометр, как указано в техническом описании и инструкции по эксплуатации спектрофотометра.

Прибор считать опробованным, если на экране после автоматической установки подвижных элементов в начальное положение и калибровки по шкале длин волн, появится страница выбора режимов работы.

3.2.2 При работе со спектрофотометром необходимо руководствоваться документом «Программное обеспечение СФ-56. Руководство пользователя».

3.3 Определение метрологических характеристик

3.3.1 Определение абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания производить измерением коэффициентов пропускания образцовых светофильтров из комплекта КС-102 в спектральном диапазоне от 400 до 750 нм и комплекта КС-100 (КС-101) в остальном спектральном диапазоне и сравнением результатов измерений с действительными значениями коэффициентов пропускания светофильтров, указанными в свидетельстве об аттестации.

3.3.1.1 Выбрать режим работы “Поточечный”.

3.3.1.2 Установить следующие значения параметров:

ЧИСЛО ТОЧЕК	5
ДЛИНА ВОЛНЫ № 1	550
ДЛИНА ВОЛНЫ № 2	550
ДЛИНА ВОЛНЫ № 3	550
ДЛИНА ВОЛНЫ № 4	550
ДЛИНА ВОЛНЫ № 5	550
ШИРИНА ЩЕЛИ, нм	6,0
ИЗМЕРЯЕМАЯ ВЕЛИЧИНА	% пропускания

ВКЛЮЧЕНЫ ЛАМПЫ	Обе постоянно
УСТАНОВКА ОБРАЗЦОВ	4
ВРЕМЯ ИЗМЕРЕНИЯ	0,2 сек
ЧИСЛО ПОВТОРОВ	1

3.3.1.3 Установить в кюветное отделение образцовый светофильтр из комплекта КС-102 с коэффициентом пропускания порядка 10 % таким образом, чтобы середина светофильтра соответствовала положению каретки при установке на 4-й образец.

3.3.1.4 Нажать кнопку СТАРТ.

3.3.1.5 Снять показания измеренных коэффициентов пропускания с экрана видеомонитора.

3.3.1.6 Найти разность ΔT_i между измеренными и действительными значениями коэффициентов пропускания по формуле:

$$\Delta T_i = T_i - T_d , \quad (3.1)$$

где ΔT_i – измеренное значение коэффициента пропускания;

T_d – действительное значение коэффициента пропускания образцового светофильтра, указанное в свидетельстве об аттестации.

3.3.1.7 Повторить операции по пп. 3.3.1.4 – 3.3.1.6.

3.3.1.8 Повторить операции, указанные в пп. 3.3.1.3 – 3.3.1.7, для образцовых светофильтров из комплекта КС-102 с коэффициентами пропускания порядка 1,50 и 90 %.

3.3.1.9 Убедиться в том, что абсолютная погрешность ΔT , определяемая как наибольшее (без учета знака) значение ΔT_i , не превышает 0,25 % для светофильтров с коэффициентами пропускания порядка 1 и 10 % и не превышает 0,5 % для светофильтров с коэффициентами пропускания порядка 50 и 90 %.

3.3.1.10 Повторить операции по пп. 3.3.1.2 – 3.3.1.7 для образцовых светофильтров из комплекта КС-100 (КС-101) с коэффициентами пропускания порядка 90, 50, 10 и 1 %, устанавливая поочередно длины волн, на которых производится измерение, равные 200 (или 220) и 1100 нм.

3.3.1.11 Убедиться, что абсолютная погрешность ΔT_i определяемая как наибольшее (без учета знака) значение ΔT_i , не превышает 1 %.

3.3.2 Определение абсолютной погрешности при установке длин волн производить записью спектров излучения лампы ДРГС-12 или записью спектров пропускания контрольного фильтра ТАС-1.

3.3.2.1 Запись спектров излучения лампы ДРГС-12 производить следующим образом.

3.3.2.2 Установить в держатель ламп вместо лампы ДДС-30М лампу ДРГС-12.

3.3.2.3 Вывести вручную из светового потока плоское зеркало в осветителе.

3.3.2.4 Произвести запись энергетической кривой спектральной линии 546,1 нм следующим образом.

3.3.2.5 Выбрать режим работы “Сканирование”.

3.3.2.6 Установить следующие значения параметров:

НАЧАЛО ДИАПАЗОНА	540
КОНЕЦ ДИАПАЗОНА	550
ШАГ ДИСКРЕТИЗАЦИИ, нм	0,1
РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ	Прецизионный
ШИРИНА ЩЕЛИ, нм	0,3
ИЗМЕРЯЕМАЯ ВЕЛИЧИНА	Интенсивность
ВКЛЮЧЕНЫ ЛАМПЫ	Обе одновременно
УСТАНОВКА ОБРАЗЦОВ	1
ЧИСЛО ПОВТОРОВ	1
ОРДИНАТА MIN	0
ОРДИНАТА MAX	1000

3.3.2.7 Нажать кнопку СТАРТ.

3.3.2.8 Подобрать параметр ОРДИНАТА MAX таким образом, чтобы энергетический спектр линии занимал не менее 1/2 шкалы.

3.3.2.9 Если интенсивность линии недостаточна для ее регистрации на экране, то повторить операции по пп. 4.3.1.4 – 4.3.1.7, установив значение параметра ШИРИНА ЩЕЛИ 0,6 или 1,0 нм.

3.3.2.10 Перейти в режим «Обработка», нажав кнопку ОРАБОТКА. Найти максимум, нажав кнопку MAX и задав минимальную высоту.

3.3.2.11 Снять с экрана показание положения максимума линии λ_i .

3.3.2.12 Вычислить значение абсолютной погрешности при установке длины волны $\Delta\lambda$ по формуле:

$$\Delta\lambda = \lambda_i - \lambda_d, \quad (3.2)$$

где λ_i – положение максимума линии;

λ_d – действительное значение длины волны.

3.3.2.13 Повторить операции по пп. 3.3.2.6 – 3.3.2.12 для спектральной линии 1083 нм, а затем для спектральной линии 253,7 нм, устанавливая параметр НАЧАЛО ДИАПАЗОНА на 5–7 нм меньше действительного значения линии, а параметр КОНЕЦ ДИАПАЗОНА на 5–7 нм больше действительного значения линии.

3.3.2.14 Убедиться, что абсолютная погрешность при установке длин волн $\Delta\lambda$, для всех трех линий не превышает 1,0 нм по абсолютному значению.

3.3.2.15 Запись спектров пропускания светофильтра ТАС-1 производить следующим образом.

3.3.2.16 Выбрать режим работы “Сканирование”.

3.3.2.17 Установить следующие значения параметров:

НАЧАЛО ДИАПАЗОНА	530
КОНЕЦ ДИАПАЗОНА	550
ШАГ ДИСКРЕТИЗАЦИИ, нм	0,1
РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ	Прецизионный
ШИРИНА ЩЕЛИ, нм	0,3
ИЗМЕРЯЕМАЯ ВЕЛИЧИНА	% пропускания
ВКЛЮЧЕНЫ ЛАМПЫ	Обе одновременно
УСТАНОВКА ОБРАЗЦОВ	4
ЧИСЛО ПОВТОРОВ	1
ОРДИНАТА MIN	0
ОРДИНАТА MAX	100

3.3.2.18 Установить в кюветном отделении светофильтр ТАС-1 в ячейку каретки для образцов, соответствующую четвертому образцу.

3.3.2.19 Нажать кнопку СТАРТ.

3.3.2.20 Перейти в режим «Обработка», нажав кнопку ОРАБОТКА. Найти минимумы, нажав кнопку MIN и задав минимальную высоту.

3.3.2.21 Снять с экрана показания положений минимумов λ_i полос поглощения светофильтра ТАС-1.

3.3.2.22 Вычислить значение абсолютной погрешности $\Delta\lambda$ при установке длины волны по формуле:

$$\Delta\lambda = \lambda_i - \lambda_d, \quad (3.3)$$

где λ_i – положение минимума полосы поглощения;

λ_d – действительное значение длины волны минимума полосы поглощения.

3.3.2.23 Установить значения параметров:

НАЧАЛО ДИАПАЗОНА	230
КОНЕЦ ДИАПАЗОНА	290
ШИРИНА ЩЕЛИ, нм	1,0

3.3.2.24. Повторить операции по пп. 3.3.2.18 – 3.3.2.22.

3.3.2.25. Установить значения параметров:

НАЧАЛО ДИАПАЗОНА	820
КОНЕЦ ДИАПАЗОНА	920
ОРДИНАТА MIN	50

3.3.2.27 Повторить операции по пп. 3.3.2.18 – 3.3.2.22.

3.3.2.28 Убедиться, что абсолютная погрешность $\Delta\lambda$ не превышает 1,0 нм по абсолютному значению.

4 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1 Результаты поверки регистрируются в протоколе, форма которого представлена в приложении 1.

4.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению.

При первичной и периодической поверках на спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, выдаются свидетельства о поверке.

4.3 Спектрофотометры, не удовлетворяющие требованиям настоящих методических указаний, не допускаются к применению.

Приложение 1

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол № _____ от _____ 20 ____ г. поверки спектрофотометра ООО «ЛОМО-СПЕКТР», принадлежащего _____
предприятие-изготовитель _____

- 1 Тип – СФ-56 № _____
- 2 Условия поверки _____
- 3 Средства поверки _____
(тип и номер набора образцовых средств, погрешность поверки)
- 4 Внешний осмотр _____
- 5 Определение абсолютной погрешности при установке длин волн

Средства поверки	Действительное значение длины волны λ_d , нм	Показание спектрофотометра λ_i , нм	Разность $\Delta\lambda = \lambda_i - \lambda_d$, нм

- 6 Определение абсолютной погрешности спектрофотометра

Номер светофильтра	Длина волны λ , нм	Действительное значение коэффициента пропускания образцового светофильтра T_d , %	Показания спектрофотометра T_i , %	Разность $T_i - T_d$, %

Абсолютная погрешность _____

Заключение по результатам поверки: спектрофотометр признан пригодным
(непригодным) к применению _____

указать причину

Выдано свидетельство № _____ от _____ г.

Поверку проводил _____

ИНСТРУКЦИЯ ПО ЧИСТКЕ ОПТИЧЕСКИХ ДЕТАЛЕЙ

Чистка оптических деталей заключается в удалении с их поверхности растворителями и их смесями следов жира, пыли, ворсинок и прочих загрязнений.

Для очистки используется смесь (в дальнейшей именуемая растворителем), в состав которой входит эфир этиловый ГОСТ 22300-76 и спирт этиловый ректифицированный ГОСТ 183-00-87 в соотношении 85:15 объемных частей.

Чистка оптических деталей производится в чистом помещении при температуре от +18 до +20 °C и относительной влажности воздуха не более 70 %.

Для чистки оптических деталей используются следующие инструменты и материалы:

- 1) палочки деревянные или металлические с заостренными концами;
- 2) кисточка беличья ТУ РСФСР 4453-70 (обезжиренная) для смахивания пыли;
- 3) груша резиновая для сдувания пыли;
- 4) коробка стеклянная или пластмассовая для хранения обезжиренной ваты;
- 5) подставка с замшой для навертывания ваты на палочку;
- 6) пинцет;
- 7) подставка для палочек, кисточек, пинцета (например, стеклянный стакан);
- 8) посуда стеклянная с притертой или завинчивающейся пробкой для хранения растворов и их смесей на рабочем месте;
- 9) колпак стеклянный для предохранения от пыли и грязи инструментов и материалов для чистки оптических деталей;
- 10) салфетки батистовые и салфетки фланелевые (обезжиренные);
- 11) напальчики резиновые;
- 12) вата для оптической промышленности ТУ 17 РСФСР 63-9022-33;
- 13) спирт этиловый ректифицированный ГОСТ 16300-87 (0,15 л на 1 л смеси);
- 14) эфир этиловый технический ГОСТ 6265-74 (0,85 л на 1 л смеси);

Перед тем как приступить к чистке оптических деталей, необходимо привести в порядок рабочее место, протереть стол салфеткой, смоченной водой, вымыть руки теплой водой с мылом и обезжирить растворителем все приспособления и инструмент для чистки. Оптические детали при чистке следует брать пинцетом или пальцами в обезжиренных напальчниках, не касаясь рабочих участков поверхности детали. Пинцет, кисточка, палочки всегда должны находиться на подставке. Палочки для чистки следует изготавливать из дерева, не содержащего смолы, например, березы, дуба, осины; металлические палочки рекомендуется делать из латуни. Концы металлической палочки должны быть обдуты песком.

Вату на палочку следует наворачивать на специальной подставке (например, стеклянной банке, обтянутой замшой, батистом или бязью), предварительно

обмакнув конец палочки в растворитель, чтобы вата не соскальзывала с палочки.

Растворитель для чистки оптических деталей и для смачивания палочки держать в разной посуде. Наворачивая вату, надо следить за тем, чтобы конец палочки не был оголен, так как им можно поцарапать поверхность оптической детали.

Поверхности оптической детали протирают сначала навернутым на палочку ватным тампоном, смоченным растворителем, затем салфеткой. Количество сменяемых тампонов (и салфеток) зависит от степени загрязнения детали и от размера ее поверхности. Для протирки следует пользоваться только внутренней поверхностью салфетки, к которой не прикасались пальцы.

Ватный тампон не следует обильно смачивать растворителем, чтобы избежать подтеков. Рекомендуется встряхивать палочку с тампоном после обмакивания в растворитель.

При чистке ватный тампон, смоченный растворителем, приводят в соприкосновение с деталью между центром и краем и ведут через центр детали к противоположному краю, затем быстро отрывают его от поверхности детали.

Материалы, применяемые для чистки оптических деталей, – легковоспламеняющиеся вещества, поэтому при работе с ними необходимо соблюдать правила безопасности, предусмотренные для работы с легковоспламеняющимися веществами.