

Настоящая методика распространяется на спектрофотометры FOSS модификации NIRS DS2500, NIRSTM DS2500 F, NIRS DA1650 (далее – спектрофотометры) производства FOSS Analytical A/S, Дания, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении поверки выполняют следующие операции:

- внешний осмотр - п.7.1
- опробование - п.7.2
- определение абсолютной погрешности шкалы длин волн – п.7.3
- определение среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении спектральной оптической плотности - п.7.4

2.2 При получении отрицательного результата в процессе выполнения любой из операций поверки спектрофотометр признают непригодным и его поверку прекращают.

3 Средства поверки

3.1 При проведении поверки спектрофотометра применяются следующие средства поверки:

- рабочий эталон единиц оптической плотности диффузного отражения в диапазоне от 0,00 до 2,00 Б в диапазоне длин волн от 0,500 до 2,500 мкм в соответствии с приказом Росстандарта от 27 ноября 2018 г. № 2517;
- рабочий эталон 2-го разряда мера спектра поглощения в диапазоне от 0,600 до 2,500 мкм в соответствии с приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 г. № 2840;
- прибор комбинированный Testo-622, температура от минус 10 до 60 °С, ПГ ±0,4 °С, влажность от 10 до 95 %, ПГ ±3%, давление от 300 до 1200 гПа, ПГ ±5 гПа.

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

При проведении поверки спектрофотометров должны соблюдаться требования безопасности согласно эксплуатационной документации, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем спектрофотометр.

Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих спектрофотометры (под контролем поверителя).

5 Условия поверки

5.1 Поверка спектрофотометра должна проводиться при следующих внешних условиях:

- | | |
|---------------------------------------|----------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25 |
| – относительная влажность, % | от 10 до 90 |
| – атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |

5.2 Не допускается попадание на спектрофотометр прямых солнечных лучей.

6 Подготовка к проведению поверке

6.1 Подготовить спектрофотометр к работе в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации спектрофотометра.

6.2 Включить спектрофотометр и прогреть его в течение 10 мин.

6.3 Подготовить к работе комплект мер диффузного отражения из состава средств поверки в соответствии с руководством по эксплуатации.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса, органов управления и соединительных проводов, влияющих на работоспособность спектрофотометра;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер прибора).

7.2 Опробование

7.2.1 Для опробования спектрофотометр включают и подготавливают к работе в соответствии с разделом «Установка прибора» руководства по эксплуатации.

7.2.2 Провести идентификацию программного обеспечения. Проверяется наименование программного обеспечения и номера версий ПО.

Результат считается положительным, если наименования программного обеспечения и номера версий соответствуют приведенным в описании типа средства измерений.

7.2.3 При опробовании должно быть установлено:

- работоспособность деталей кюветного отделения, крышки кюветного отделения;
- правильность отработки задаваемых режимов программы измерений.

Результат опробования считается положительным, если задаваемые режимы программы измерений выполняются правильно.

7.2.4 Провести регистрацию спектра меры спектра поглощения из состава средств поверки. Сравнить полученную диаграмму с контрольной записью из руководства по эксплуатации данной меры.

Результат операции считается положительным, если на диаграмме спектра поглощения меры длин волн прослеживаются пики поглощения в рабочем спектральном диапазоне поверяемого спектрофотометра.

7.3 Определение абсолютной погрешности шкалы длин волн

7.3.1 Установить в кюветное отделение меру спектра поглощения из состава средств поверки и провести регистрацию ее спектра. Повторить измерения 5 (пять) раз.

7.3.2 В программе «ISIScan Nova» нажать на кнопку «Отчеты» (значок отчета) и последовательно выбрать из появившегося меню и сохранить следующие отчеты:

– «Поверка_(пики)_2500_1.pdf», «Поверка_(пики)_2500_2.pdf», «Поверка_(пики)_2500_3.pdf» для модификации NIRS DS2500;

– «Поверка_(пики)_2500F_1.pdf», «Поверка_(пики)_2500F_2.pdf», «Поверка_(пики)_2500F_3.pdf» для модификации NIRS™ DS2500 F;

– «Поверка_(пики)_1650.pdf» для модификации NIRS DA1650.

7.3.3 По данным сохраненных отчетов определить длины волн $\lambda_{\text{изм}}$, соответствующие максимумам оптической плотности.

7.3.4 Определить средние арифметические значения длин волн контрольных пиков поглощения $\lambda_{\text{иср}}$.

7.3.5 Определить абсолютную погрешность шкалы длин волн по формуле

$$\Delta\lambda = \max |\lambda_{\text{дейст}} - \lambda_{\text{иср}}|, \text{ нм},$$

где $\lambda_{\text{дейст}}$ – действительные значения пиков поглощения измеренной меры, указанные в свидетельстве о его поверке.

Результат операции считается положительным, если абсолютная погрешность шкалы длин волн не превышает допускаемых пределов ± 4 нм.

7.4 Определение среднего квадратического отклонения (СКО) при измерении спектральной оптической плотности

7.4.1 Включить спектрофотометр, прогреть и подготовить его к работе в соответствии с его руководством по эксплуатации.

7.4.2 Последовательно установить в кюветное отделение каждую меру оптической плотности диффузного отражения из состава средств поверки и провести регистрацию ее спектра. Повторить измерения 3 (три) раза.

7.4.3 В программе «ISIScan Nova» нажать на кнопку «Отчеты» (значок отчета) и поочередно выбрать из появившегося меню и сохранить следующие отчеты:

- «Поверка_(ОП)_2500.pdf» для модификации NIRS DS2500;
- «Поверка_(ОП)_2500F.pdf» для модификации NIRSTM DS2500 F;
- «Поверка_(ОП)_1650.pdf» для модификации NIRS DA1650.

7.4.4 По данным сохраненного отчета определить измеренные значения оптической плотности $D_{j \text{ изм}}(\lambda)$ для каждой меры на длинах волн:

- 500, 750, 1000, 1500, 2000, 2450 нм для модификации NIRS DS2500;
- 900, 1500, 2000, 2450 нм для модификации NIRSTM DS2500 F;
- 1150, 1250, 1500, 1600 нм для модификации NIRS DA1650.

7.4.5 По полученным данным рассчитать среднее значение оптической плотности для каждого светофильтра по формуле:

$$\bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n}, \text{ Б} \quad (2)$$

где \bar{D} – среднее значение оптической плотности для каждого светофильтра;

D_i – измеренные значения оптической плотности светофильтров;

n – количество измерений ($n = 3$)

7.4.5 Рассчитать среднее квадратическое отклонение результата измерений S по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2}{n \cdot (n-1)}}, \% \quad (3)$$

Результат поверки считается положительным, если каждое полученное значение СКО измерений спектральной оптической плотности не превышает 0,001 Б.

8 Оформление результатов поверки.

8.1 При положительных результатах поверки спектрофотометр признается годным к применению, и на него выдается свидетельство о поверке в соответствии с действующими правовыми нормативными документами.

Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

8.2 Спектрофотометр, не удовлетворяющий хотя бы одному из требований п.п.7.1 – 7.4 настоящей методики, признается непригодным. Отрицательные результаты поверки оформляются выдачей извещения о непригодности с указанием причин.

Начальник лаборатории 448
ФБУ «Ростест – Москва»


А.Г. Дубинчик

Начальник сектора 2 лаб.448
ФБУ «Ростест – Москва»


С.В. Панков