ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА
(ВНИИМ)

МЕТОДИКА
ПОВЕРКИ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ СФ-16
МИ 26-75

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва
1978

gost.e-ecolog.ru

УДК 389.14 : 681.785.423

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ СФ-16

МИ 26—75

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры СФ-16 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны выполняться следующие операции:

внешний осмотр — п. 4.1;

проверка правильности юстировки источников излучения — п. 4.2.1;

проверка чувствительности спектрофотометра — п. 4.2.2;

проверка стабильности показаний — п. 4.2.3;

проверка времени возвращения стрелки миллиамперметра — п. 4.2.4;

проверка рабочей ширины щели — п. 4.2.5;

определение погрешности градуировки шкалы длин волн — п. 4.3.1;

определение наличия рассеянного излучения — п. 4.3.2;

определение длины волны, при которой производится смена фотоэлементов — п. 4.3.3;

определение основной погрешности спектрофотометра — п. 4.3.4;

определение коэффициентов пропускания контрольных светофильтров — п. 4.3.5;

определение оценки среднего квадратического отклонения показаний спектрофотометра — п. 4.3.6.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться следующие средства:

ртутно-гелиевая лампа ДРГС-12 по ТУ 3.374.105;

комплект образцовых нейтральных фильтров с коэффициентом пропускания 5—93% в диапазоне длин волн 190—1100 нм;

секундомер по ГОСТ 5072—72.

© Издательство стандартов, 1978

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха 20±5°С;

относительная влажность воздуха 45—80%;

атмосферное давление от 84 до 107 кПа (от 630 до 300 мм.рт.ст);

напряжение сети питания переменного тока 220±22 В частотой 50 Гц.

3.2. В помещении, где проводят поверку, должна быть предусмотрена приточно-вытяжная вентиляция. Допустимый уровень индустриальных радиопомех не должен превышать значений, указанных для электронных приборов в справочнике «Общесоюзные нормы допускаемых индустриальных радиопомех» (1966 г.).

3.3. Перед проведением поверки спектрофотометр следует выдержать в помещении, где проводится поверка, не менее 8 ч. Спектрофотометр должен быть установлен на столе и заземлен. Сопротивление заземления — не более 3 Ом.

3.4. Следует избегать прямого освещения спектрофотометра солнечным светом. Обогревательные приборы должны размещаться на расстоянии не менее 1.5 м от спектрофотометра.

3.5. Спектрофотометр должен быть включен в сеть питания за 1 ч до начала измерений.

3.6. Работу на спектрофотометре следует проводить в соответствии с его техническим описанием.

3.7. Образцовые и входящие в комплект спектрофотометра контрольные светофильтры должны быть промыты в соответствии с инструкцией по чистке оптических деталей (см. приложение).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

4.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие спектрофотометра следующим требованиям:

комплектность прибора — в соответствии с техническим описанием и паспортом; допускается проводить периодическую поверку спектрофотометров, укомплектованных только применяемыми кюветами;

спектрофотометры не должны иметь механических повреждений или неисправностей, влияющих на нормальную работу прибора;

надписи и отметки шкал должны быть четкими;

указатели шкалы длин волн и фотометрической шкалы должны быть тонкими и четкими;

на поверхности кювет и оптических деталей не должно быть выколок, грубых царапин.

4.2. Опробование

4.2.1. Юстирка источников излучения должна обеспечивать полное и равномерное освещение призмы.

При юстировке лампы накаливания длина волны должна быть установлена 540—550 нм (зеленый свет), при юстировке дейтериевой лампы 600—660 нм (красный свет).

Для проверки правильности юстировки следует раскрыть щель прибора на 2 мм, открыть крышку кюветной камеры и перед окном камеры фотоэлементов (в месте расположения изображения призмы) поместить лист плотной белой бумаги. Освещенность светового пятна на бумаге должна быть равномерной. При неравномерной освещенности светового пятна на бумаге необходимо отрегулировать лампу в держателе.

4.2.2. Для проверки чувствительности спектрофотометра следует поставить рукоятку «Чувствительность» и рукоятку «Выкл.-1-2-3» в положение *1* и, раскрывая щель, установить стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы, затем шкалу коэффициентов пропускания поворачивают на одно деление влево или вправо и определяют число делений, на которое отклонится стрелка миллиамперметра. Таким же методом определяют величину отклонений стрелки, установив рукоятку «Чувствительность» в положение *4*.

Чувствительность спектрофотометра, выраженная в делениях шкалы миллиамперметра, соответствующих одному делению шкалы коэффициентов пропускания, должна быть не менее 5 делений при установке рукоятки «Чувствительность» в положение *1* и не менее 0,5 деления при установке рукоятки в положение *4*.

Если чувствительность спектрофотометра не удовлетворяет указанным требованиям, то при помощи резистора 65 (см. техническое описание) следует изменять режим работы усилителя и повторно проверить чувствительность.

4.2.3. Стабильность показаний спектрофотометра характеризуется отклонением стрелки миллиамперметра за время измерения.

Перед проведением проверки следует в положении шторки «Закр.» рукояткой «Темновой ток» установить стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы, рукоятку «Чувствительность» поставить в положение *2*. Стабильность проверяют при двух длинах волн в областях спектра 190—350 и 650—1100 нм. Для проверки следует переключить шторку в положение «Откр.» и, изменяя ширину щели, снова установить стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы. По секундомеру замечают, насколько отклонилась стрелка от центральной отметки за 1 мин. Стрелка миллиамперметра не должна отклоняться более чем на 0,5 деления.

4.2.4. Для проверки времени возвращения стрелки миллиамперметра следует рукояткой «Темновой ток» в положение шторки «Закр.» установить стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы. Переключить шторку в положение «Откр.» и, изменяя ширину щели, установить стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы. Затем шторку переключить из положения

«Откр.» в положение «Закр.». Секундомером измерить время установления стрелки миллиамперметра на центральную отметку. Также определить время установления стрелки миллиамперметра на центральную отметку при переключении шторки из положения «Закр.» в положение «Откр.».

Время возвращения стрелки миллиамперметра на центральную отметку при переключении шторки не должно быть более 5 с. Если время превышает указанное значение, необходимо промыть эфиром фотоэлемент, панели ламп, нагрузочное сопротивление и просушить силикагель в соответствии с техническим описанием, а затем повторить операцию.

4.2.5. Рабочую ширину щели проверяют при длинах волн, источниках излучения и фотоэлементах, указанных в таблице.

Длина волны, нм	Источник излучения	Фотоэлемент	Ширина щели, мм, не более
186	Дейтериевая лампа	Сурьмяно-цезиевый	1,80
350	Дейтериевая лампа	Сурьмяно-цезиевый	0,10
600	Лампа накаливания	Сурьмяно-цезиевый	0,06
600	Лампа накаливания	Кислородно-цезиевый	0,13
1100	Лампа накаливания	Кислородно-цезиевый	0,20

При проверке рабочей ширины щели рукоятку «Выкл.-1-2-3» устанавливают в положение «Выкл.», а рукоятку «Чувствительность» — в положение 4. Рукояткой «Темновой ток» устанавливают стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы. Открывают шторку и, изменяя ширину, вновь устанавливают стрелку миллиамперметра на центральную отметку. Если ширина щели превышает значение, указанное в таблице, следует проверить чистоту оптических окон, правильность установки источника излучения и только после этого заменить источник излучения и повторить операцию.

4.3. Определение метрологических параметров

4.3.1. Погрешности градуировки шкалы длин волн определяют в последовательности, изложенной ниже.

В держатель дейтериевой лампы устанавливают ртутно-гелиевую лампу ДРГС-12, шторку в положение «Закр.», сурьмяно-цезиевый фотоэлемент в рабочее положение. Рукояткой «Темновой ток» устанавливают стрелку миллиамперметра на центральную отметку.

Затем рукоятку «Выкл.-1-2-3» устанавливают в положение *1*, рукоятку «Чувствительность» — в положение *3*, шторку в положение «Откр.», шкалу коэффициента пропускания на отметку 5%.

Медленно вращая рукоятку шкалы длин волн, выводят на выходную щель линию спектра 546,1 нм. При этом стрелка миллиамперметра должна отклониться вправо. Уменьшая ширину щели, удерживают стрелку в пределах шкалы.

В момент максимального отклонения стрелки снимают отсчет по шкале длин волн. Максимальное отклонение определяют по моменту начала движения стрелки влево. Этот момент соответствует положению линии в центре щели. При этом вращение рукоятки должно производиться в сторону увеличения показаний шкалы длин волн.

Показание шкалы длин волн спектрофотометра должно быть 546,1±0,5 нм. Если показание прибора выходит за указанные пределы, следует регулировочным винтом через отверстие 96 (см. техническое описание) установить показание прибора, равное 546,1 нм.

Затем, в указанном выше порядке, последовательно выводят на выходную щель линии спектра, длины волн которых приведены ниже, и отмечают соответствующие показания прибора. При этом корректировать шкалу длин волн не допускается.

Длина волны, нм	Погрешность градуировки, нм, не более
222,5	±0,1
248,3	±0,1
253,7	±0,1
280,4	±0,1
302,2	±0,2
312,6	±0,2
365,0	±0,3
404,7	±0,5
435,8	±0,5
587,6	±1,0
1014,0	±5,0
1083,0	±5,0

4.3.2. Для определения наличия рассеянного излучения измеряют коэффициенты пропускания светофильтров из стекла НС-8 толщиной 1 мм, и из стекла УФС-2, входящих в комплект спектрофотометра СФ-16, при длине волны 190 нм. Сумма коэффициентов пропускания не должна превышать 1%.

4.3.3. Для определения длины волны, при которой должна быть произведена смена фотоэлементов, следует при длине волны около 620 нм, изменяя ширину щели, при включенном сурьмяно-цезиевом, а затем кислородно-цезиевом фотоэлементах, привести стрелку миллиамперметра на центральную отметку шкалы. Если для первого фотоэлемента ширина щели получается больше, чем для второго, то необходимо уменьшить (в противном случае увеличить) длину волны так, чтобы для обоих фотоэлементов стрелка миллиамперметра находилась на центральной отметке шкалы при одной и той же ширине щели.

Найденное значение длины волны необходимо внести в паспорт прибора и при этой длине следует измерить по 5 раз для каждого фотоэлемента коэффициент пропускания одного фильтра из комплекта контрольных светофильтров. Коэффициент пропускания при каждом фотоэлементе определяют как среднее арифметическое значение пяти измерений .Разность средних арифметических значений коэффициентов пропускания светофильтра не должна превышать 0,5%.

4.3.4. Для определения основной погрешности спектрофотометра измеряют коэффициенты пропускания всех образцовых нейтральных фильтров для длин волн, указанных в паспорте, прилагаемом к комплекту образцовых нейтральных фильтров.

Коэффициенты пропускания измеряют при установке рукоятки «Чувствительность» в положение *2*. Для каждого фильтра на каждой длине волны проводят 5 измерений. Основную погрешность в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta = \bar{\tau} - \tau_0,$$

где $\bar{\tau}$ — среднее арифметическое значение показаний спектрофотометра, %;

τ_0 — коэффициент пропускания образцового нейтрального фильтра, %.

Среднее арифметическое значение показаний спектрофотометра определяют по формуле

$$\bar{\tau} = \frac{\sum_{i=1}^{n} t_i}{n},$$

где τ_i — показания спектрофотометра; %;

n — число измерений.

Основная погрешность спектрофотометра не должна быть более ±1% в диапазоне длин волн 190—1100 нм.

4.3.5. Коэффициенты пропускания контрольных светофильтров, входящих в комплект спектрофотометра, определяют при установке рукоятки «Чувствительность» в положение *2* для длин волн, указанных в паспорте спектрофотометра.

Коэффициент пропускания каждого контрольного светофильтра определяют как среднее арифметическое из 5 измерений для каждой длины волны.

Если найденные значения коэффициентов пропускания отличаются от значений, указанных в паспорте спектрофотометра, более чем на 0,5%, то в паспорт вносят новые значения коэффициентов пропускания контрольных светофильтров.

4.3.6. Среднее квадратическое отклонение показаний спектрофотометра следует определять при двух длинах волн в областях спектра 190—350 и 650—1100 нм. Коэффициент пропускания светофильтров, находящихся в контрольном комплекте, измеряют методом, указанным в п. 4.3.4, но проводят по 10 измерений для каждой длины волны. Оценку среднего квадратического отклонения вычисляют по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\tau_i - \bar{\tau})^2}{n-1}}.$$

Оценка среднего квадратического отклонения показаний спектрофотометра не должна быть более 0,2%.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Положительные результаты поверки должны быть оформлены:

выдачей свидетельства о государственной поверке по форме, утвержденной в установленном порядке;

выдачей свидетельства о ведомственной поверке.

5.2. Спектрофотометры, прошедшие поверку с отрицательными результатами, к выпуску и применению не допускаются, и в документах по оформлению результатов поверки делают отметку о непригодности поверенных спектрофотометров.

ИНСТРУКЦИЯ ПО ЧИСТКЕ ОПТИЧЕСКИХ ДЕТАЛЕЙ

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

2. Для чистки используют смесь, в состав которой входят этиловый эфир по ГОСТ 6265—74 и этиловый ректификованный спирт по ГОСТ 5962—67 в соотношении 85 : 15 объемных частей (в дальнейшем — растворитель).

3. Для чистки оптических деталей используют следующие инструменты и материалы:

деревянные или металлические палочки с заостренными концами;

беличья кисточка для смахивания пыли;

резиновая груша для сдувания пыли;

коробка (стеклянная или из пластмассы) для хранения обезжиренной ваты;

подставка с замшей для наматывания ваты на палочку;

пинцет;

подставка для палочек, кисточки, пинцета (стеклянный стакан);

стеклянная посуда с притертой или завинчивающейся пробкой для хранения растворов и их смесей на рабочем месте;

стеклянный колпак для предохранения от пыли и грязи инструментов и материалов;

батистовые и фланелевые (обезжиренные) салфетки;

резиновые напальчники;

вата для оптической промышленности по ГОСТ 10477—63;

этиловый эфир по ГОСТ 6265—74 (0,85 л на 1 л смеси);

этиловый ректификованный спирт по ГОСТ 5962—67 (0,15 л на 1 л смеси).

4. Перед тем как приступить к чистке оптических деталей необходимо привести в порядок рабочее место, протереть стул салфеткой, смоченной водой, вымыть руки теплой водой с мылом и обезжирить растворителем все приспособления и инструмент для чистки.

5. Оптические детали при чистке следует брать пинцетом или пальцами в обезжиренных напальчниках, не касаясь рабочих участков поверхности детали. Пинцет, кисточка и палочки всегда должны находиться на подставке.

6. Палочки для чистки следует изготовлять из дерева, не содержащего смолы (например, березы, дуба, осины, бамбука). Металлические палочки рекомендуется делать из латуни. Концы палочек должны быть шероховатыми.

Вату на палочку следует намотать на специальной подставке (например, стеклянной банке, обтянутой замшей, батистом или бязью), предварительно обмакнув конец палочки в растворитель, чтобы вата не соскальзывала с палочки. Рекомендуется растворитель для чистки оптических деталей и для смачивания палочки держать в разной посуде.

При намотке ваты надо следить за тем, чтобы конец палочки не был оголен, так как можно поцарапать поверхность оптической детали.

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

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

Этим тампоном, быстро отрывая его, проводят по поверхности детали от центра к краю по спирали.

8. При чистке оптических деталей необходимо соблюдать правила безопасности, предусмотренные для работ с легко воспламеняющимися веществами.

Для промывки 7 светофильтров с обеих сторон необходимо 30 мл растворителя.

МЕТОДИКА

поверки спектрофотометров СФ-16

МИ 26—75

Редактор *С. Г. Вилькина*
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*
Корректор *Э. В. Митяй*

Сдано в наб. 29.11.77 Подп. в печ. 20.04.78. Формат бумаги 60×90¹/₁₆. Бумага типографская № 3.
Гарнитура литературная. Печать высокая. 0,75 усл. печ. л. 0,46 уч.-изд. л.
Тир. 2000 экз. Зак. № 4822. Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер. д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14.

gost.e-ecolog.ru