

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ» -

Руководитель ГЦИ СИ

Н.П. Муравская

«19» июня 2013 г



**Государственная система обеспечения единства измерений**

**КОМПЛЕКТ МЕР ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ КМФ**

**Методика поверки**

**МП 71.Д4-13**

Москва  
2013 г

Настоящая методика распространяется на комплекты мер флуоресценции КМФ (далее по тексту – комплекты мер), выпускаемые «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений ФГУП «ВНИИОФИ» и устанавливает методы и средства первичной поверки.

Меры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Операции поверки проводятся метрологическими службами, аккредитованными в установленном порядке.

1.2 При проведении первичной поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при
1. Внешний осмотр.	6.1	первичной поверке
2. Определение интенсивности флуоресценции мер №№ 1-4	6.2.2	Да
3. Определение относительной погрешности измерения интенсивности флуоресценции мер №№ 1-4	6.2.3	Да
4. Определение спектрального распределения интенсивности флуоресценции меры №1 с соответствующими относительными погрешностями измерения*	6.2.4	Да

\*Операция проводится по запросу потребителя

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной поверки должны применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ пункта методики поверки	Эталонные и вспомогательные средства
6.2.1, 6.2.2, 6.2.3	Люминесцентный комплекс, входящий в состав ГЭТ 196-2011. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе спектральных методов. Спектральный диапазон регистрации эмиссии: от 300 до 850 нм. Спектральный диапазон возбуждения: от 200 до 700 нм. Диапазон значений интенсивности флуоресценции 0,0001-100 отн.ед.фл. Стандартная неопределенность по типу А- 1,2 % Стандартная неопределенность по типу В- 1,3 % Суммарная ст.неопределенность- 1,3 % Расширенная неопределенность (к=2; p=0,95) -2,6 %

2.2 Средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

2.3 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

### **3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ**

3.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$	$20 \pm 5$ ;
относительная влажность воздуха, %, при $25^{\circ}\text{C}$	$65 \pm 15$ ;
атмосферное давление, кПа	$100 \pm 6$

3.2 Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на метрологические характеристики, должны быть исключены.

## **4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

4.1 К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику и руководство по эксплуатации и средств поверки

4.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда ПОТ РМ-016-2001.

4.3 Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

### **5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.**

5.1 До начала поверки должны быть выполнены операции технического обслуживания комплекта мер в соответствии с разделом 7 руководства по эксплуатации комплекта мер КМФ.

5.2 Подготовка ГЭТ к работе проводится в соответствии с правилами хранения и применения ГЭТ.

## **6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **6.1 Внешний осмотр.**

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:  
соответствие состава комплекта требованиям п.5.1 руководства по эксплуатации КМФ;  
отсутствие механических повреждений футляра, мер;  
читаемость надписей на мерах;  
отсутствие царапин, загрязнений на оптических деталях мер.

### **6.2 Определение метрологических характеристик**

#### **6.2.1 Определение интенсивности флуоресценции мер №№ 1-4.**

6.2.1.1 Установить в измерительный отсек люминесцентного комплекса первичного эталона кварцевую кювету 10 мм с содержимым поочерёдно каждой из мер комплекта и провести измерение интенсивности флуоресценции ( $I_i$ ) на длине волны эмиссии 514 нм при длине волны возбуждения 405 нм. Ширина щелей монохроматоров возбуждения и эмиссии 2 нм. Вычесть из полученного значения среднее значение уровня шума при выключенном возбуждении и разделить разность на интенсивность тока на контролльном светодиоде. Повторить измерения 10 раз для каждой из мер.

6.2.1.2 Рассчитать значение интенсивности флуоресценции ( $\bar{I}$ ) как среднее арифметическое значение из 10 измерений, проведённых согласно пункту 6.2.1.1, делённое на калибровочный коэффициент  $k_{\text{кал}}$  для выбранной потребителем длины волны эмиссии (определяется при калибровке ГЭТ 196-2011) и на коэффициент коррекции  $k_{\text{корр}}$

(для текущих значений калибровки  $k_{\text{корр}}=3664994$ ).

6.2.1.3 Полученные значения интенсивности флуоресценции каждой меры вносятся в свидетельство о поверке комплекта мер флуоресценции КМФ.

6.2.1.4 Результат испытаний считается положительным, если полученные значения интенсивности флуоресценции лежат в следующий диапазонах:

- для меры №1 – 0,8-1,2 отн.ед.флуор.;
- для меры №2 – 0,07-0,15 отн.ед.флуор.;
- для меры №3 – 0,006-0,020 отн.ед.флуор.;
- для меры №4 – 0,0005-0,0025 отн.ед.флуор.

## 6.2.2 Определение относительной погрешности измерения интенсивности флуоресценции мер (σ).

6.2.2.1 Рассчитать относительную погрешность измерения интенсивности флуоресценции мер, %, по формуле:

$$\sigma = \frac{1}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n \cdot (n-1)}} \cdot 100$$

где  $n$  - число измерений,  $n = 10$ .

6.2.2.2 Полученные значения относительной погрешности измерения интенсивности флуоресценции каждой меры вносятся в свидетельство о поверке комплекта мер флуоресценции КМФ.

6.2.2.3 Результат поверки считается положительным, если полученные значения относительной погрешности не превышают 2 %.

## 6.2.3 Определение спектрального распределения интенсивности флуоресценции меры №1 с соответствующими относительными погрешностями измерения (данная операция выполняется по запросу заказчика).

6.2.3.1 Для каждой длины волны в диапазоне от 470 до 669 нм рассчитать значение интенсивности флуоресценции ( $\bar{I}$ ) как среднее арифметическое значение из 10 измерений, проведённых согласно пункту 6.2.1.2, делённое на калибровочный коэффициент  $k_{\text{кал}}$  для соответствующей длины волны эмиссии (определяется при калибровке ГЭТ 196-2011) и на коэффициент коррекции  $k_{\text{корр}}$  (для текущих значений калибровки  $k_{\text{корр}}=3664994$ ).

6.2.3.2 Для каждой длины волны в диапазоне 470-669 нм рассчитать относительную погрешность измерения интенсивности флуоресценции по формуле, указанной в пункте 6.2.2.1.

6.2.3.3 Результат поверки считается положительным, если полученные значения относительной погрешности не превышают 2 %.

6.2.3.4 Полученное спектральное распределение интенсивности флуоресценции меры №1 с соответствующими относительными погрешностями измерения вносятся в свидетельство о поверке комплекта мер флуоресценции КМФ.

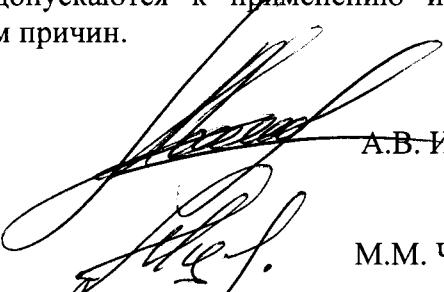
## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.

7.1. Комплекты мер флуоресценции КМФ, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению.

7.2. Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке и протоколом в соответствии с правилами по метрологии ПР 50.2.006-94 (форма протокола приведена в Приложении А).

7.3. Комплекты мер флуоресценции КМФ, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается извещение о непригодности с указанием причин.

Начальник отдела Д-4 ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Начальник сектора обеспечения единства  
атомно-спектральных измерений отдела Д-4



М.М. Чугунова

Начальник группы испытаний СИ



Т.Н. Ссыпных

Инженер отдела Д-4 ФГУП «ВНИИОФИ»



Е.А. Рекстина