

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 твердых 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 соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °C	20 ± 5 ;
относительная влажность воздуха, %, при 25°C	65 ± 15 ;
атмосферное давление, кПа	100 ± 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 поочередно 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 контрольном 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, проведенных 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. Ссыбных

Инженер отдела Д-4 ФГУП «ВНИИОФИ»

 Е.А. Рекстина