

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Филимонов И.С.

«11» января 2021 г



Государственная система обеспечения единства измерений

Комплекты мер оптической плотности КМОП-Н-Р

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 034.Д4-20**

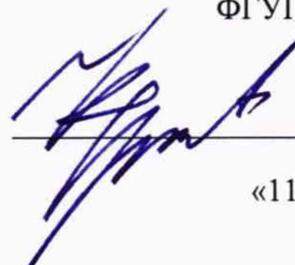
Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»



Негода С.Н.

«11» января 2021 г

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»



Крутиков В.Н.

«11» января 2021 г

Москва
2021 г.

Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на комплекты мер оптической плотности КМОП-Н-Р (далее – комплекты мер), предназначенные для воспроизведения единицы оптической плотности при проведении поверки фотометров, спектрофотометров, биохимических анализаторов и других средств измерений. Методика поверки устанавливает порядок, методы и средства проведения их первичной поверки до ввода в эксплуатацию.

Комплекты мер выпускаются двух исполнений: исполнение 1 и исполнение 2, которые отличаются объемом раствора в мере: 10 и 25 см³ соответственно.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 206-2016 и ГЭТ 156-2015. Поверка комплектов мер выполняется методом прямых измерений или методом сличения при помощи компаратора.

Метрологические характеристики комплектов мер указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение						
	мера № 1	мера № 2	мера № 3	мера № 4	мера № 5	мера № 6	мера № 7
Диапазон значений оптической плотности комплекта мер, Б	от 0,01 до 4,00						
Значение оптической плотности мер из комплекта, Б ¹⁾ : на длине волны 546 нм	0,05 ± 0,04	1,00 ± 0,25	1,75 ± 0,25	2,25 ± 0,25	2,75 ± 0,25	3,00 ± 0,50	3,50 ± 0,50
на длине волны 850 нм	0,02 ± 0,01	0,28 ± 0,10	0,47 ± 0,25	0,61 ± 0,25	0,74 ± 0,25	0,78 ± 0,25	0,96 ± 0,25
Пределы допускаемой абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта, Б	± 0,006	± 0,006	± 0,006	± 0,010	± 0,010	± 0,010	± 0,020

¹⁾ Действительные значения оптической плотности мер определяются в процессе поверки комплекта мер для конкретной длины оптического пути при длинах волн, оговоренных заказчиком, в пределах спектрального диапазона комплекта мер.

1 Перечень операций поверки средства измерений

1.1 Поверку комплектов мер осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

1.2 При проведении поверки должны быть выполнены операции, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность выполнения операции при первичной поверке
1	Внешний осмотр средства измерений	6.1	Да
2	Определение метрологических характеристик средства измерений	6.2	Да
3	Определение действительных значений ¹⁾ и абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта	6.3.1	Да

¹⁾ Действительные значения оптической плотности мер определяются в процессе поверки комплекта мер для конкретной длины оптического пути при длинах волн, оговоренных заказчиком, в пределах спектрального диапазона комплекта мер.

1.3 Поверка комплекта мер проводится исходя из комплектности при поставке средства измерений - допускается поставка комплекта мер с меньшим количеством мер оптической плотности, но не менее 5 штук в комплекте.

1.4 При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции, поверка прекращается.

2 Метрологические и технические требования к средствам поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки комплектов мер

Операция поверки	Средство поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Рекомендуемые типы средств поверки
Определение метрологических характеристик средства измерений	Вторичный эталон единицы оптической плотности в проходящем свете по государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2085	Диапазон длин волн от 0,34 до 0,77 мкм; Диапазон значений диффузной оптической плотности в проходящем свете от 0,01 до 6,30 Б; Доверительные границы суммарной погрешности вторичных эталонов при $P=0,95$ от 0,004 до 0,008 Б; Суммарная стандартная неопределенность и расширенная неопределенность вторичных эталонов при $P=0,95$ от 0,004 до 0,008 Б.	Государственный первичный эталон единицы оптической плотности (далее - ГЭТ) по государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2085
	Вторичные эталоны единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, оптической	Диапазон длин волн от 0,2 до 20,0 мкм; Диапазон измерений СКНП от 0,01 до 0,99 безразмерностных величин;	Государственный вторичный эталон единиц величин спектральных коэффициентов направленного пропускания,

	плотности, диффузного и зеркального отражений по государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517	Суммарные средние квадратические отклонения результатов измерений СКНП при сличении эталонов с ГПЭ при 10 независимых наблюдениях не должны превышать: 0,003 безразмерностных величин в диапазоне длин волн от 0,2 до 0,4 мкм и от 0,78 до 2,50 мкм; 0,0015 безразмерностных величин в диапазоне длин волн от 0,40 до 0,78 мкм; 0,005 безразмерностных величин в диапазоне длин волн от 2,5 до 20,0 мкм.	диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 2,5 мкм (далее - ВЭТ) по государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517
Вспомогательное оборудование	Кварцевая кювета	Ширина окна 10 мм	Кварцевая кювета по ГОСТ 20903-75
	Дистиллированная вода	рН воды от 5,4 до 6,6	Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72
	Дозатор механический одноканальный	Диапазон объемов дозирования от 1000 до 10000 мкл; Дискретность установки объема 20 мкл	Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (далее – дозатор) Рег. № 36152-12

2.2 Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 3, обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых комплектов мер с требуемой точностью. Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

3 Требования к специалистам, осуществляющих поверку

3.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на комплект мер;
- соблюдающие требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, согласно приказу Министерства труда и социальной защиты № 903н от 15.12.2020;
- прошедшие полный инструктаж по технике безопасности;
- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений, ученые хранители или лица, допущенные к работе на ГЭТ.

4 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности:

- предусмотренные эксплуатационной документацией комплекта мер и средств поверки;
- воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ;
- помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5 Требования к условиям проведения поверки

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура воздуха, °С от +21 до +25;
- относительная влажность, % не более 60;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104;
- напряжение питания сети, В от 198 до 242;
- частота сети, Гц от 49,5 до 50,5.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр средства измерений

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие комплекта мер следующим требованиям:

- соответствие состава комплекта мер требованиям п. 1.4 руководства по эксплуатации комплекта мер;
- отсутствие механических повреждений футляра, мер;
- читаемость надписей на мерах.

6.1.2 Комплект мер считают прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- состав комплекта мер соответствует требованиям п. 1.4 его руководства по эксплуатации;
- на футляре и мерах отсутствуют механические повреждения;
- надписи на мерах читаемы.

6.2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

6.2.1 Выполнить операции технического обслуживания комплекта мер в соответствии с разделом 4 руководства по эксплуатации комплекта мер.

6.2.2 Подготовить ГЭТ и ВЭТ к работе в соответствии с их правилами хранения и применения.

6.2.3 Комплект мер считают прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если операции технического обслуживания выполнены успешно.

6.3 Определение метрологических характеристик средства измерений

6.3.1 Определение действительных значений и абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта

6.3.1.1 Определение действительных значений и абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта в спектральном диапазоне от 340 до 770 нм включительно

6.3.1.1.1 Действительные значения оптической плотности мер определяются в процессе поверки комплекта мер для конкретной длины оптического пути при длинах волн, оговоренных заказчиком (в случае отсутствия требований к длинам волн измерений оптической плотности со стороны заказчика измерения выполняются на длине 546 нм), в пределах спектрального диапазона от 340 до 1100 нм. Определение действительных значений оптической плотности мер из комплекта в спектральном диапазоне от 340 до 770 нм включительно производится при помощи ГЭТ.

6.3.1.1.2 Для определения значений оптической плотности мер из комплекта на длине волны 546 нм включить спектрофотометр Specord M40 из состава ГЭТ (далее - спектрофотометр) в соответствии с его руководством по эксплуатации.

6.3.1.1.3 Производится измерение оптической плотности дистиллированной воды в качестве фонового раствора, чтобы избежать влияния оптической плотности воды на дальнейшие измерения оптической плотности мер из комплекта. Для этого поместить дистиллированную воду в кварцевую кювету с окном шириной 10 мм при помощи дозатора. Установить кварцевую кювету с содержимым в измерительный отсек спектрофотометра.

Произвести измерение оптической плотности в соответствии с руководством по эксплуатации на спектрофотометр.

6.3.1.1.4 Содержимое ампулы меры из комплекта поместить в кварцевую кювету с окном шириной 10 мм при помощи дозатора. Установить кварцевую кювету с содержимым в измерительный отсек спектрофотометра. Провести измерение оптической плотности меры из комплекта на длине волны 546 нм при помощи спектрофотометра в соответствии с его руководством по эксплуатации.

6.3.1.1.5 Повторить измерения еще 4 раза.

6.3.1.1.6 Повторить 6.3.1.1.3 – 6.3.1.1.5 поочередно для каждой меры из комплекта.

6.3.1.1.7 Произвести обработку полученных значений по п. 7.1.

6.3.1.2 Определение действительных значений и абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта в спектральном диапазоне свыше 770 до 1100 нм

6.3.1.2.1 Действительное значение оптической плотности в спектральном диапазоне свыше 770 до 1100 нм определяются на длине волны 850 нм, а также на любых других длинах волн в данном диапазоне по требованию заказчика.

6.3.1.2.2 Поместить в измерительный отсек спектрофотометра прецизионного «Lambda 950» из состава ВЭТ кювету, заполненную дистиллированной водой.

6.3.1.2.3 Провести измерения 100 % линии в соответствии с руководством по эксплуатации спектрофотометра прецизионного «Lambda 950».

6.3.1.2.4 Установить меру № 7 из состава комплекта мер в измерительный отсек спектрофотометра прецизионного «Lambda 950» таким образом, чтобы поток излучения падал на центральную часть меры по нормали к её поверхности.

6.3.1.2.5 Провести измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (далее – СКНП) меры в диапазоне длин волн от 770 до 1100 нм согласно руководству по эксплуатации ВЭТ.

6.3.1.2.6 Повторить измерения по п. 6.3.1.2.5 еще 4 раза.

6.3.1.2.7 Повторить измерения по п.п. 6.3.1.2.4 – 6.3.1.2.6 для всех мер комплекта.

6.3.1.2.8 Произвести обработку полученных значений по п. 7.2.

7 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

7.1 Обработка полученных значений в спектральном диапазоне от 340 до 770 нм включительно

7.1.1 Рассчитать значения оптической плотности, полученные в п. 6.3.1.1, D_{cp} , Б, каждой меры из комплекта как среднее арифметическое значение оптической плотности по формуле:

$$D_{cp} = \frac{\sum_{j=1}^n D_i}{n}, \quad (1)$$

где D_i – измеренное значение оптической плотности, Б;

n – число измерений;

i – номер меры.

7.1.2 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического значения оптической плотности мер из комплекта по формуле:

$$S_{\bar{D}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - D_{cp})^2}{n \cdot (n-1)}} \quad (2)$$

7.1.3 Рассчитать абсолютную погрешность значений оптической плотности мер из комплекта, Δ_D , Б, по формуле:

$$\Delta_D = k \cdot \sqrt{S_\theta^2 + S_i^2}, \quad (3)$$

где k – коэффициент охвата ($k = 2$ при $P = 0,95$);

S_θ – среднее квадратичное отклонение неисключенной систематической погрешности СКНП меры, безразмерностная величина, определяемое по формуле:

$$S_\theta = \frac{u_c(D)}{\sqrt{3}}, \quad (4)$$

где $u_c(D)$ – суммарная стандартная неопределенность измерений диффузной оптической плотности в проходящем свете, Б, в соответствии с сертификатом калибровки спектрофотометра.

7.2 Обработка полученных значений в спектральном диапазоне свыше 770 до 1100 нм

7.2.1 Определить среднее арифметическое результатов измерений СКНП меры по формуле:

$$\bar{\tau}(\lambda) = \frac{\sum_{i=1}^5 \tau(\lambda)_i}{5}, \quad (5)$$

где $\tau(\lambda)_i$ – i -й результат измерения СКНП меры, безразмерностная величина.

7.2.2 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического СКНП меры по формуле:

$$S(\bar{\tau}(\lambda)) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (\tau(\lambda)_i - \bar{\tau}(\lambda))^2}{20}} \quad (6)$$

7.2.3 Определить доверительные границы случайной погрешности СКНП меры по формуле:

$$\varepsilon = t \cdot S(\bar{\tau}(\lambda)), \quad (7)$$

где $t = 2,776$ – коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности $P = 0,95$ и числа наблюдений $n = 5$.

7.2.4 Вычислить границы неисключенной систематической погрешности СКНП меры при доверительной вероятности $P = 0,95$ по формуле:

$$\theta_\Sigma = \pm \sum_i^m |\theta_i|, \quad (8)$$

где θ_i – неисключенная систематическая погрешность, определяемая суммарным средним квадратическим отклонением результата измерения СКНП ВЭТ на измеряемой длине волны, безразмерностная величина, указанным в паспорте ВЭТ;

θ_2 – неисключенная систематическая погрешность, обусловленная спектральной селективностью меры, безразмерная величина, определяемая по формуле:

$$\theta_2 = \frac{d\tau}{d\lambda} \cdot \Delta\lambda, \quad (9)$$

где $\Delta\lambda$ – абсолютная погрешность установки длины волны спектрофотометра из состава ВЭТ на измеряемой длине волны, указанная в руководстве по эксплуатации спектрофотометра, нм;

$\frac{d\tau}{d\lambda} = 0,003 \text{ нм}^{-1}$ – максимальное значение кривизны спектрального распределения СКНП для комплекта мер исполнения 1 и исполнения 2 в диапазоне длин волн от 770 до 1100 нм.

7.2.5 Вычислить доверительные границы абсолютной погрешности результата измерений СКНП меры, безразмерная величина, по формуле:

$$\Delta_{\tau(\lambda)} = K \cdot S_{\Sigma}, \quad (10)$$

где K – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и неисключенной систематической погрешности, безразмерная величина, определяемый по формуле (13);

S_{Σ} – суммарное среднее квадратичное отклонение СКНП меры, безразмерная величина, определяемое по формуле (14).

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma}}{S(\bar{\tau}(\lambda)) + S_{\theta}} \quad (11)$$

7.2.6 Вычислить суммарное среднее квадратичное отклонение СКНП меры, безразмерная величина, по формуле:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\theta}^2 + S^2(\bar{\tau}(\lambda))}, \quad (12)$$

где S_{θ} – среднее квадратичное отклонение неисключенной систематической погрешности СКНП меры, безразмерная величина, определяемое по формуле:

$$S_{\theta} = \frac{\theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}} \quad (13)$$

7.2.7 Рассчитать оптическую плотность мер из комплекта по формуле:

$$D(\lambda) = \lg\left(\frac{1}{\bar{\tau}(\lambda)}\right) \quad (14)$$

7.2.8 Рассчитать абсолютную погрешность значений оптической плотности мер из комплекта по формуле:

$$\Delta_{D(\lambda)} = \frac{0,43 \cdot \Delta_{\tau(\lambda)}}{\bar{\tau}(\lambda)}, \quad (15)$$

7.3 Комплект мер считают прошедшим операцию поверки по п. 6.3.1 с положительным результатом, если полученные значения оптической плотности мер из комплекта при измерении на длинах волн 546 и 850 нм и значения абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта соответствуют значениям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 - Значения оптической плотности

Наименование характеристики	Значение						
	мера № 1	мера № 2	мера № 3	мера № 4	мера № 5	мера № 6	мера № 7
Диапазон значений оптической плотности комплекта мер, Б	от 0,01 до 4,00						
Значение оптической плотности мер из комплекта, Б ¹⁾ : на длине волны 546 нм	0,05 ± 0,04	1,00 ± 0,25	1,75 ± 0,25	2,25 ± 0,25	2,75 ± 0,25	3,00 ± 0,50	3,50 ± 0,50
на длине волны 850 нм	0,02 ± 0,01	0,28 ± 0,10	0,47 ± 0,25	0,61 ± 0,25	0,74 ± 0,25	0,78 ± 0,25	0,96 ± 0,25
Пределы допускаемой абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта, Б	± 0,006	± 0,006	± 0,006	± 0,010	± 0,010	± 0,010	± 0,020
<p>¹⁾ Действительные значения оптической плотности мер определяются в процессе поверки комплекта мер для конкретной длины оптического пути при длинах волн, оговоренных заказчиком, в пределах спектрального диапазона комплекта мер.</p>							

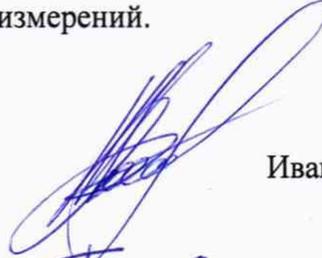
7.4 Комплект мер считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению в качестве рабочего эталона в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517, в качестве рабочего эталона 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2085, если все операции поверки пройдены с положительным результатом и полученные значения метрологических характеристик удовлетворяют требованиям к рабочему эталону в соответствии с государственной поверочной схемой утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517, рабочему эталону 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2085. В ином случае комплект мер считается прошедшим поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки оформляются протоколом (Приложение А). Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

8.2 В случае соответствия поверяемого средства измерений уровню рабочего эталона в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517, уровню рабочего эталона 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2085, протокол поверки передаётся в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



Иванов А.В.

Начальник отделения ФГУП «ВНИИОФИ»



Гаврилов В.Р.

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



Грязских Н.Ю.

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



Шобина А.Н.

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



Зябликов Д.Н.

Инженер 1 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



Солодилова М.А.

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



Кормилицына В.А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Рекомендуемое)
к Методике поверки МП 034.Д4-20
«ГСИ. Комплекты мер оптической плотности КМОП-Н-Р. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 20__ года

Средство измерений: Комплекты мер оптической плотности КМОП-Н-Р
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

_____ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____ **№/№** _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 034.Д4-20 «ГСИ. Комплекты мер оптической плотности КМОП-Н-Р. Методика поверки», согласованная ФГУП «ВНИИОФИ» «11» января 2021 г.

_____ (наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата)

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %, не более
- атмосферное давление, кПа
- напряжение питания сети, В
- частота сети, Гц

Внешний осмотр: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица А.1 - Результаты измерений

Наименование характеристики	Результат	Требования методики поверки
Диапазон значений оптической плотности комплекта мер, Б		
Значение оптической плотности мер из комплекта, Б ¹⁾ : на длине волны 546 нм на длине волны 850 нм		

Продолжение таблицы А.1

Наименование характеристики	Результат	Требования методики поверки
Пределы допускаемой абсолютной погрешности значений оптической плотности мер из комплекта, Б, не более: на длине волны 546 нм на длине волны 850 нм		

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

подписи, ФИО, должность