

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора  
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская  
«02» марта 2015г


Государственная система обеспечения единства измерений

**Поляриметры автоматические цифровые модели МСР 100**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 014. М44-15**

*п.р. 62727-15*

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

  
С.Н.Негода  
«02» марта 2015

Москва  
2015 г.

### **1 Введение**

Настоящая методика распространяется на Поляриметры автоматические цифровые модели МСР 100 (далее по тексту – поляриметры), предназначенные для измерения угла вращения плоскости поляризации монохроматического излучения при его прохождении через оптически активные вещества.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

### **2 Операции поверки**

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений угла вращения плоскости поляризации	8.4.1	Да	Да
6	Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угла вращения плоскости поляризации	8.4.2	Да	Да

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

### **3 Средства поверки**

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.2	Кварцевая калибровочная пластина Toolmaster
8.4.1 – 8.4.2	Государственный рабочий эталон 1-го разряда единицы угла вращения плоскости поляризации в диапазоне от минус 15 <sup>0</sup> до плюс 40 <sup>0</sup> (регистрационный номер 3.1.ZZA.0032.2015) значения углов вращения плоскости поляризации на длине волны 589,44 нм: 34-20 +5,245 34-21 +34,588

	34-22	-10,521	
	расширенная неопределенность		0,0025°

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых поляриметров с требуемой точностью.

#### **4 Требования безопасности**

4.1 Поляриметры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-10, ГОСТ 12.1.040-83, межотраслевыми правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок «Правила по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 №328Н». Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов. Чтобы избежать физических повреждений и/или ущерба имуществу, поставляемый шнур питания поляриметров оборудован плавким предохранителем. Подключайте штепсель этого шнура только к заземленной электро-розетке.

4.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства пользователя спектрометров.

4.4 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 квалификации поверителей**

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации поляриметров;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III.

#### **6 Условия поверки**

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....15 - 35
- относительная влажность воздуха, %, не более.....20 - 80
- атмосферное давление, кПа.....96 - 104
- напряжение питания сети, В.....100 - 240
- частота, Гц.....50/60

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим, свободным от пыли, паров кислот и щелочей. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более (1,5 - 2)°С. В помещении не должно быть сквозняков.

6.3 В помещении должны отсутствовать механические вибрации. Частота возмущающих вибраций, действующих на поляриметры, не должна быть более 30 Гц, амплитуда скорости колебаний не должна превышать 0,06 мм/с. Если показатели

вибрации в помещении превышают указанные значения, поляриметры должны быть установлены на виброизолирующем фундаменте.

6.4 В помещении не допускаются посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Расположить поляриметры вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры.

7.2 Изучить Руководство по эксплуатации поляриметров.

7.3 Поляриметры, а также приборы и оборудование, используемые при поверке, подготавливают к работе в соответствии с их Руководствами по эксплуатации.

7.4 Выдержать поляриметры и вспомогательное оборудование в условиях, указанных в п. 6.1 настоящей Методики поверки не менее 5 часов.

7.5 Установить поляриметры на ровную горизонтальную поверхность. Подключите ввод питания прибора МСР 100 вилкой к внешнему блоку питания. Подключите внешний блок питания к сетевому источнику питания при помощи силового кабеля. Включите прибор, используя выключатель питания в его задней части.

7.6 Установите измерительную ячейку, поместив ее в держатель измерительной ячейки. После обнаружения измерительной ячейки в заголовке главного окна появится иконка. Измерительная ячейка автоматически передает в прибор свою длину оптического пути и температуру пробы.

7.7 Чтобы подключить измерительную ячейку к контейнеру отходов или сливу: отрежьте кусок трубки достаточной длины, которая изготовлена из материала, устойчивого к воздействию пробы (например, из силикона или поливинилхлорида); прикрепите трубку к выводу измерительной ячейки; вставьте другой конец трубки в контейнер отходов (см. рисунок 1).

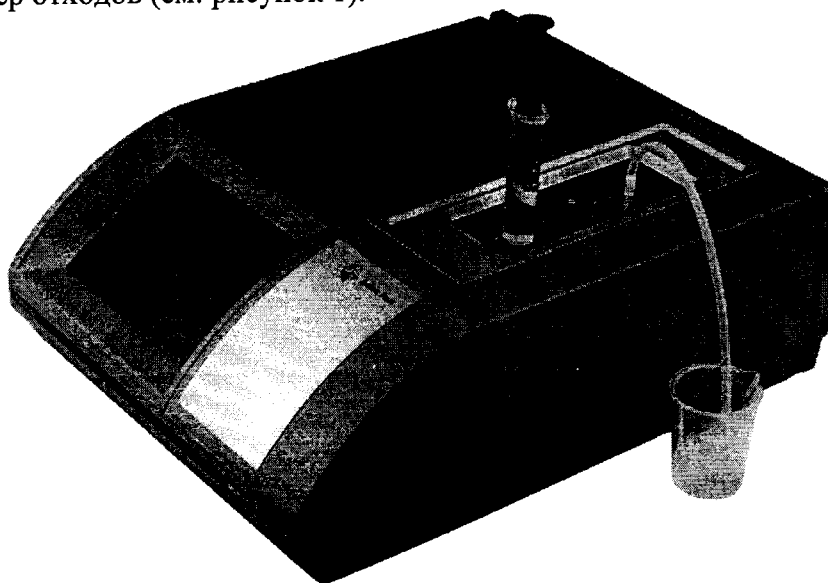


Рисунок 1

## **8 Проведение поверки**

### **8.1 Внешний осмотр**

8.1.1 При внешнем осмотре поляриметров должно быть установлено:

- отсутствие видимых механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистоту гнезд, разъемов и клемм;

- состояние и четкость маркировок;
- состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Поляриметры считаются прошедшими внешний осмотр, если корпус, внешние элементы, органы управления приборов не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

## 8.2 Опробование

8.2.1 Включить поляриметр с помощью переключателя питания, расположенного на задней панели прибора. После включения прибора источник излучения должен достигнуть состояния теплового равновесия в течение 10-15 минут. Нажмите на клавишу «Индикатор пользователя» в правой верхней части заголовка главного окна (см. рисунок 2), чтобы открыть диалоговое окно «Logon» (Вход в систему). Выберите свое «User name» (Имя пользователя), введите свой «Password» (Пароль), а затем нажмите кнопку <OK>.

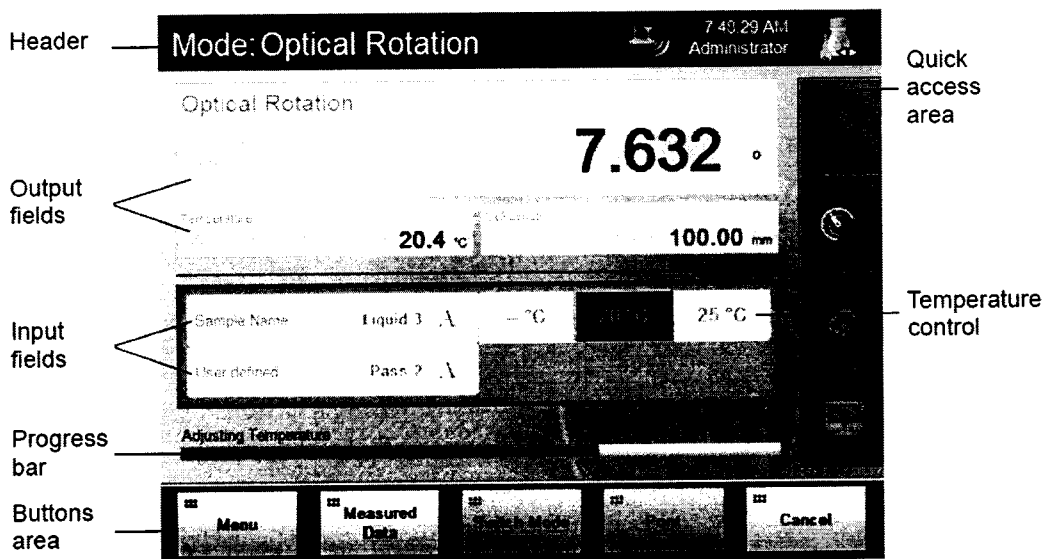




Рисунок 2

8.2.2 Для опробования необходима кварцевая калибровочная пластинка Toolmaster. Пластинка должна иметь серийный номер (Quartz Serial Number), совпадающий с тем, который загружен в программное обеспечение испытываемого поляриметра.

8.2.3 Нажмите клавишу , чтобы открыть окно проверок.

8.2.4 Нажмите клавишу , чтобы открыть настройки проверки. Выберите температуру, при которой будет проведена регулировка: <20 °C/68 °F> или <25 °C/77 °F>. Или выберите <-- °C/°F> для регулировки без контроля температуры. Укажите тип проверки: вращение плоскости поляризации, удельное вращение или концентрация. Внесите эталонное значение стандарта. Проверьте допуск, который определен вводом допустимого отклонения. Нажмите кнопку <OK>.

8.2.5 Вставьте кварцевую пластину Toolmaster, вновь нажмите на клавишу .

В открывшемся окне проверок нажмите , чтобы запустить процесс проверки.

8.2.6 Следуйте указаниям, которые отображаются в окне. После окончания измерений угла вращения кварцевой пластины, нажмите на <Export> (Вывести) и вы можете проверить результаты и рекомендации на экране (см. рисунок 3).

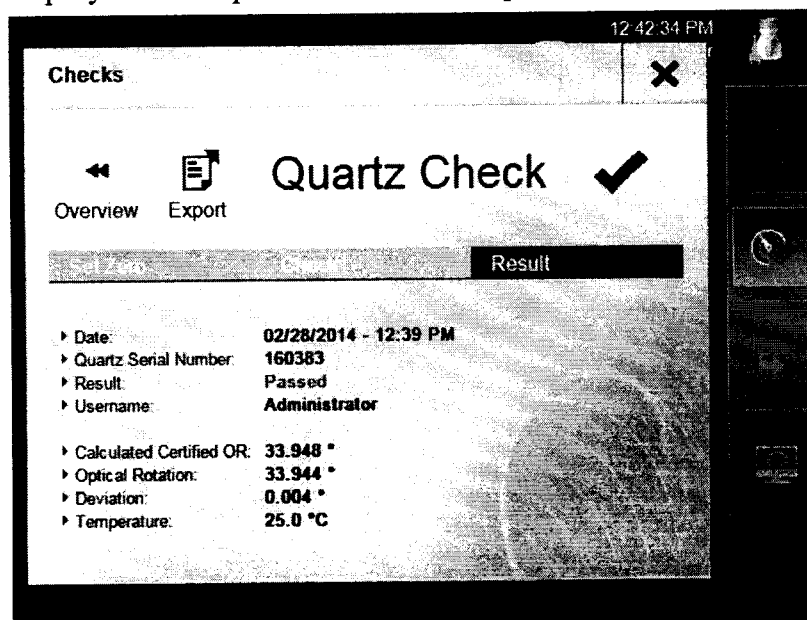


Рисунок 3

8.2.7 Если проверка выполнена с отрицательным результатом, следует провести регулировку кварцевой пластины. Для этого извлеките из прибора кварцевую пластину или измерительную ячейку. Нажмите <Menu> и выберите «Adjustments > Quartz Adjustment» (Регулировки > Регулировка с помощью кварцевой пластины). Выберите температуру, при которой будет проведена регулировка: <20 °C/68 °F> или <25 °C/77 °F>. Или выберите <-- °C/°F> для регулировки без контроля температуры. Нажмите кнопку <Next> (Далее). После настройки прибора на точку отсчета вставьте кварцевую пластину. Когда прибор закончит проводить измерение кварцевой пластины, вы можете проверить результаты и рекомендации на экране. Выберите одну из опций, а затем нажмите <Reject> (Отменить) или <Accept> (Принять) (см. рисунок 4). Вставьте калибровочную пластинку и проведите проверку повторно.

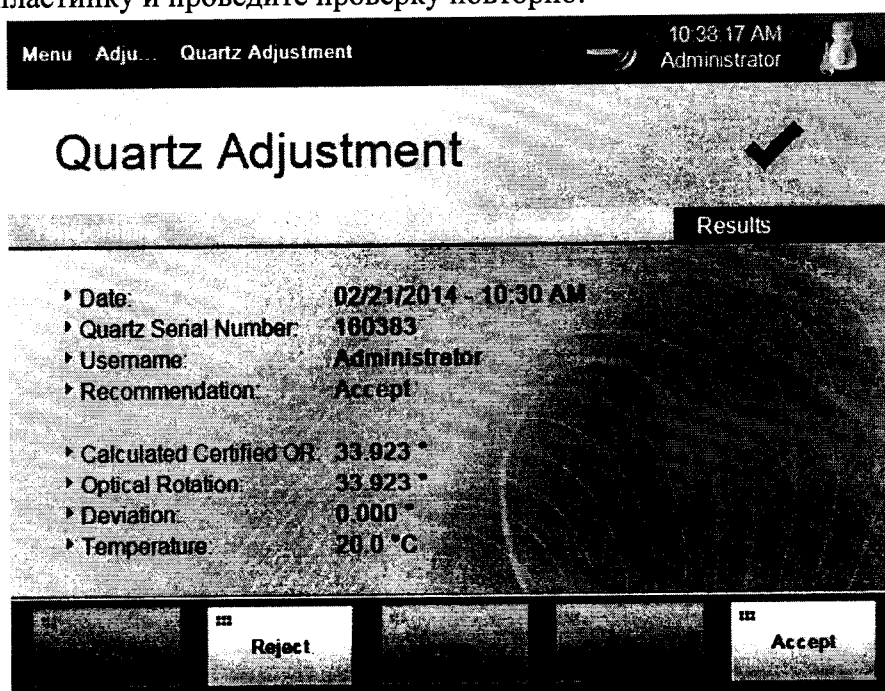


Рисунок 4

8.2.8 Поляриметры считаются прошедшими поверку, если приборы поддаются всем регулировкам, а проверка прошла с положительным результатом (на экране отображается надпись Passed).

### 8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: наименование программного обеспечения, идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.3 Проводят оценку влияния программного обеспечения на метрологические характеристики спектрометров.

8.3.4 Поляриметры признаются прошедшими поверку, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MCP 100 Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V1.10 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

### 8.4 Определение метрологических характеристик

#### 8.4.1 Определение диапазона измерений угла вращения плоскости поляризации

8.4.1.1 Определение диапазона измерений угла вращения плоскости поляризации совмещают с операцией определения абсолютной погрешности измерений угла вращения плоскости поляризации.

8.4.1.2 На главном окне программы нажмите на вкладку <Switch Mode> (Переключить режим), чтобы открыть окно выбора режима и выберите режим «Optical Rotation» (Вращение плоскости поляризации) (см. рисунок 5)

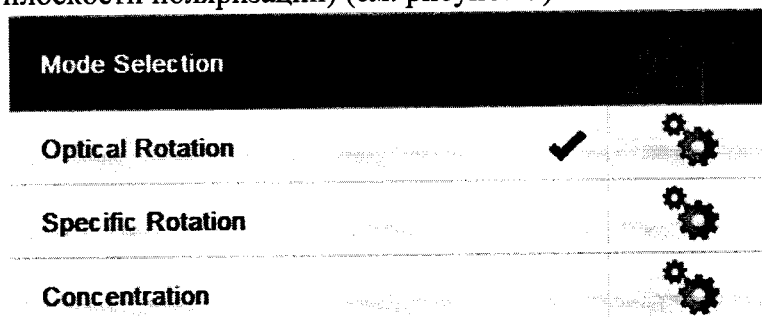



Рисунок 5

8.4.1.3 Перед выполнением измерения следует задать точку отсчета. Вставьте ячейку Toolmaster и настройте оптическую точку отсчета нажатием кнопки .

8.4.1.4 Установить по очереди меры угла вращения плоскости поляризации из Государственного рабочего эталона 1-го разряда единицы угла вращения плоскости поляризации в диапазоне от минус 15° до плюс 40° в отделение измерительной ячейки.

Нажмите <Start> и дождитесь окончания измерения. Индикатор выполнения отображает ход измерения путем увеличения красной полосы и сообщения «Measuring» (Выполняется измерение). Когда измерение закончено, индикатор выполнения станет зеленым и отобразится сообщение «Finished» (Закончено). На дисплее появится результат измерения угла вращения плоскости поляризации.

8.4.1.5 Выполнить измерения угла вращения плоскости поляризации не менее чем в пяти различных угловых положениях мер угла вращения плоскости поляризации по отношению к плоскости поляризации падающего на нее излучения, поворачивая меру примерно на 70° между измерениями.

8.4.1.6 По окончании работы, убедившись в отсутствии исследуемого образца в приборе, выключить поляриметры с помощью переключателя, расположенного на задней панели прибора.

8.4.1.7 Определить среднее арифметическое значение  $\bar{c}$  из измеренных углов вращения плоскости поляризации  $c_i$  по формуле (1):

$$\bar{c} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k c_i, \quad (1)$$

где  $i = 1, 2, \dots, k$  – номер измерения,  $k$  – количество измерений. Величина  $\bar{c}$  принимается за результат измерения.

8.4.1.8 Поляриметры считаются прошедшими поверку, если диапазон измерений угла вращения плоскости поляризации составляет  $\pm 34,5$  град.

#### 8.4.2 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угла вращения плоскости поляризации

8.4.2.1 Вычислить среднее квадратическое отклонение результата измерения угла вращения плоскости поляризации по формуле (2):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (c_i - \bar{c})^2}{k(k-1)}} \quad (2)$$

8.4.2.2 Вычислить доверительные границы случайной погрешности по формуле (3):

$$\varepsilon = 2.776 \cdot \sigma \quad (3)$$

8.4.2.3 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности поляриметров по формуле (4):

$$\theta_1 = |c_0 - \bar{c}|, \quad (4)$$

где  $c_0$  – значение угла вращения плоскости поляризации, указанное в свидетельстве о калибровке мер из состава Государственного рабочего эталона 1-го разряда единицы угла вращения плоскости поляризации в диапазоне от минус 15° до плюс 40°.



8.4.2.4 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности результата измерения угла вращения плоскости поляризации меры по формуле (5):

$$\theta = 1,1 \cdot \sqrt{\theta_1^2 + \theta_2^2}, \quad (5)$$

где  $\theta_1$  – неисключенная систематическая погрешность поляриметра,  
 $\theta_2$  – неисключенная систематическая погрешность меры, приведенная в свидетельстве о ее калибровке.

8.4.2.5 Пределы допускаемой абсолютной погрешности результата измерения для диапазона углов вращения плоскости поляризации определяются в зависимости от соотношения неисключенной систематической погрешности и среднего квадратического отклонения результата измерения, вычисленных по формулам (5) и (2) соответственно.

В случае если  $\frac{\theta}{\sigma} < 0,8$ , то неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными можно пренебречь. Тогда пределы допускаемой абсолютной погрешности равны:

$$\Delta = \pm \varepsilon. \quad (6)$$

Если  $\frac{\theta}{\sigma} > 8$ , то случайной погрешностью по сравнению с систематической можно пренебречь. Тогда пределы допускаемой абсолютной погрешности равны:

$$\Delta = \pm \theta. \quad (7)$$

Если  $0,8 \leq \frac{\theta}{\sigma} \leq 8$ , то пределы допускаемой абсолютной погрешности меры равны:

$$\Delta = \pm K S_{\Sigma}, \quad (8)$$

где

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\theta_1^2}{3} + \frac{\theta_2^2}{3} + \sigma^2}, \quad (9)$$

$$K = \frac{\varepsilon + \theta}{\sigma^2 + \sqrt{\frac{\theta_1^2}{3} + \frac{\theta_2^2}{3}}}. \quad (10)$$

8.4.2.6 Поляриметры считаются прошедшими поверку, если пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угла вращения плоскости поляризации не превышает  $\pm 0,01$  град.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Поляриметры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.2 фактических значений

метрологических характеристик поляриметров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно ПР 50.2.006-94 «ГСИ. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения», и комплекс допускают к эксплуатации.

9.2 Поляриметры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями ПР 50.2.006-94.

Начальник отделения НИО М-44  
ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник лаборатории НИО М-44  
ФГУП «ВНИИОФИ»



Г.Г. Левин

Г.Н. Вишняков

**ПРОТОКОЛ**  
**первичной / периодической поверки**  
от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_\_ года

**Средство измерений: Поляриметры автоматические цифровые модели МСР 100**  
(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 «ГСИ. Поляриметры автоматические цифровые модели МСР 100. Методика поверки МП 014.М44-15», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 02 марта 2015 года.**

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                      15 - 35
- относительная влажность воздуха, %, не                      20 - 80  
    более
- атмосферное давление, кПа                                      96 – 104

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

**Рекомендации** \_\_\_\_\_

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность