

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



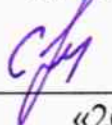
Н.П. Муравская
«26» января 2017г

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры комбинационного рассеяния,
моделей inVia Basis и inVia Reflex**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 012.Д4-17**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Negroda
«26» января 2017г

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры комбинационного рассеяния, моделей inVia Basis и inVia Reflex (далее по тексту – спектрометры), предназначены для измерения содержания различных органических и неорганических веществ в твердых и жидких образцах, по спектрам комбинационного рассеяния в соответствии с аттестованными методиками измерений, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

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 спектрального диапазона и расчет относительной погрешности шкалы волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Определение спектрального разрешения	8.4.2	Да	Да

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

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

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
8.4.1 - 8.4.2	ГСО 8581-2004 Стандартный образец, представляющий собой циклогексан по ГОСТ 14198

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

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

4.3 Помещение, в котором проводятся измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83

4.4 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометров;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %,от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа.....от 94 до 106

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

7 Подготовка к поверке

7.1 Установить в специальные гнезда спектрометра, в зависимости от комплектации, один из лазеров и решетку из состава спектрометра, в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Лазер	Решетка
785 нм	1200 линий/мм
633 нм	1800 линий/мм или 1200 линий/мм
532 нм	1800 линий/мм или 1200 линий/мм
514 нм	1800 линий/мм или 1200 линий/мм
488 нм	2400 линий/мм

7.2 Произвести подготовку, включение и прогрев спектрометра в соответствии с его Руководством по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрометров должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрометров;
- соответствие комплектности спектрометров требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометров повреждений, влияющих на их работоспособность.

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование производится путем измерения отклонения линии Рамановского спектра кремния от линии 520 см^{-1} на образце монокристаллического кремния идущего в комплекте со спектрометром.

8.2.2 Поместить образец кремния в держатель микроскопа спектрометра. При включенном видимом освещении, с помощью перемещения столика по вертикальной оси, наблюдая через видеокамеру или окуляры, навести микроскоп на резкость на поверхности образца. Затем включить лазер спектрометра, ослабить его до минимального значения мощности, при котором он виден на мониторе видеокамеры, и, перемещая столик по вертикальной оси, добиться получения пятна лазера минимально возможного диаметра.

Задать следующие параметры сканирования:

- Grating scan type – Static
- Confocality – Standard
- Spectrum range – Centre 520 см^{-1} Raman Shift
- Exposure time – 1s
- Accumulations - 1
- Laser power – 100%. Если мощность лазера слишком велика, следует ослабить ее, чтобы пик кремния 520 см^{-1} имел интенсивность от 5000 до 30000.
- Остальные параметры оставить по умолчанию.

8.2.3 Выделить диапазон $450\text{--}580\text{ см}^{-1}$ в окне спектра. Провести фитирование полосы кремния 520 см^{-1} : **Analysis – Curve Fit - Add Curve**, добавить кривую под полосой 520 см^{-1} с помощью левой клавиши мыши, **Start Fit** и определить положение максимума пика **Centre**.

8.2.4 Спектрометры считаются прошедшими опробование, если отклонение линии Рамановского спектра кремния от линии 520 см^{-1} составляет не более 1 см^{-1} .

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

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

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

8.3.4 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, 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 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	WiRE
Номер версии (идентификационный номер) ПО	3.2 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона и расчет относительной погрешности шкалы волновых чисел

8.4.1 Установить стандартный образец циклогексана ГСО 8581-2004 в закрытой таре прозрачного стекла, или открытой таре габаритные размеры которой позволят поместить ее под объектив спектрометра и записать спектр 10 (десять) раз. Для этого следует использовать режим Step Scan, функцию Match Overlap, диапазон от 300 до 3000 см^{-1} , и, записывая спектры стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004, подобрать Exposure Time и мощность лазера таким образом, чтобы интенсивность пика 2852,9 см^{-1} находилась в диапазоне от 50000 до 100000 единиц интенсивности.

8.4.2 Определить положения максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004 (рисунок 1), указанных в таблице 5.

Таблица 5

Положение максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана с обозначением допустимых отклонений, см^{-1}
384,1 ± 0,78
426,3 ± 0,41
801,3 ± 0,96
1028,3 ± 0,45
1157,6 ± 0,94
1266,4 ± 0,58
1444,4 ± 0,30
2664,4 ± 0,42
2852,9 ± 0,32
2923,8 ± 0,36
2938,3 ± 0,51

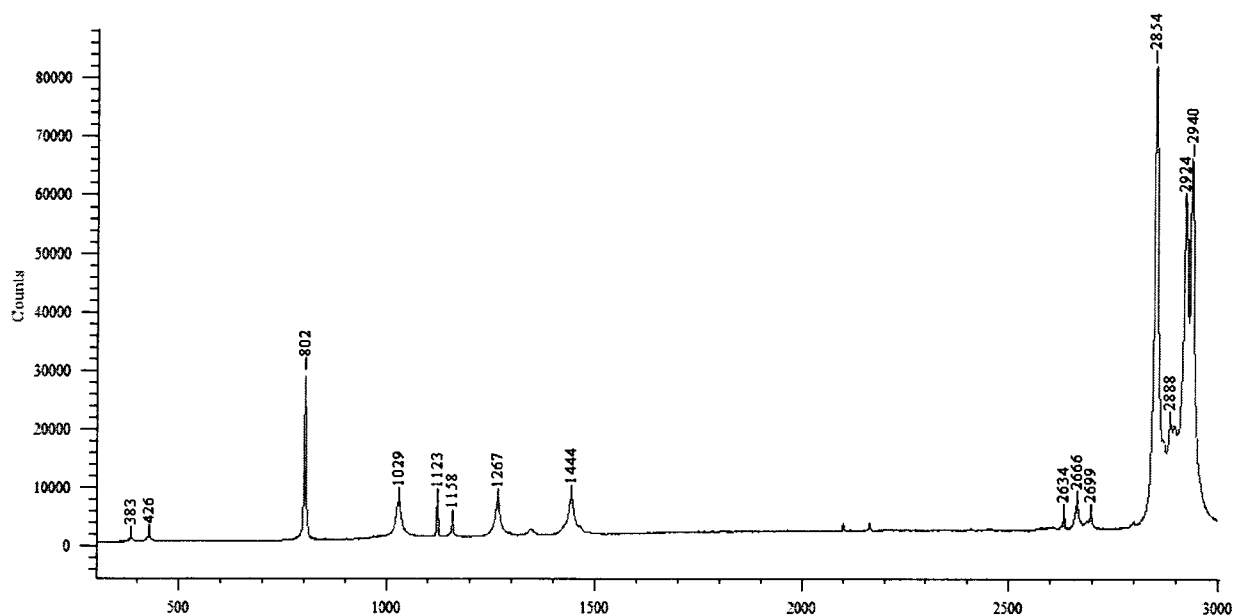


Рисунок 1 – Спектр стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004

Если пики $384,1 \text{ см}^{-1}$ и $426,3 \text{ см}^{-1}$ имеют настолько малую интенсивность, что точно определить их положение невозможно, следует повторно записать спектр в диапазоне от 300 до 1000 см^{-1} , увеличив Exposure Time так, чтобы высота пика $801,3 \text{ см}^{-1}$ составляла 20000 - 40000 единиц интенсивности.

Рассчитать среднее арифметическое значение каждого волнового числа $\bar{\nu}_i$ по формуле 1:

$$\bar{\nu}_i = \frac{\sum_{j=1}^{j=n} \nu_i^j}{n}, \quad (1)$$

где ν_i^j – значения волнового числа, соответствующее положению максимума i -го пика рамановского спектра при j -м измерении, $n = 10$ – число измерений, см^{-1} .

8.4.3 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического каждой серии измерений волновых чисел S_x по формуле 2:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{j=n} (\nu_i^j - \bar{\nu}_i)^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

8.4.4 Рассчитать ОСКО каждой серии измерений волновых чисел $S_{оско}$ по формуле 3 и выбрать наибольшее значение:

$$S_{оско} = \frac{S_x}{\bar{\nu}_i} \cdot 100\% \quad (3)$$

8.4.5 Рассчитать значение случайной погрешности ε каждой серии измерений волновых чисел по формуле 4:

$$\varepsilon = t \cdot S_x \quad (4)$$

где t – коэффициент Стьюдента ($t = 2,26$).

8.4.6 Рассчитать значение среднего квадратического отклонения неисключенной систематической погрешности S_θ каждой серии измерений по формуле 5:

$$S_\theta = \frac{\theta_\Sigma}{\sqrt{3}} \quad (5)$$

где θ_Σ – допустимое отклонение опорных значений волновых чисел, указанная в

таблице 5 для каждой линии циклогексана.

8.4.7 Рассчитать значение суммарного среднего квадратического отклонения S_{Σ} каждой серии измерений волновых чисел по формуле 6:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\theta}^2 + S_x^2} \quad (6)$$

8.4.8 Рассчитать значение относительной погрешности $\Delta_{\text{отн}}$ каждой серии измерений волновых чисел по формуле 7 и выбрать среди них наибольшее:

$$\Delta_{\text{отн}} = \frac{K \cdot S_{\Sigma}}{\bar{\nu}_i} \cdot 100\% \quad (7)$$

где K – коэффициент, который рассчитывается по формуле 8:

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma}}{S_x + S_{\theta}} \quad (8)$$

8.4.5 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон составляет от 380 до 2940 см^{-1} , а относительная погрешность шкалы волновых чисел находится в пределе $\pm 1\%$.

8.4.2 Определение спектрального разрешения

8.4.1 Спектральное разрешение определяется путем измерения ширины на полувысоте линии 801,3 см^{-1} рамановского спектра стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004.

8.4.2 Провести установку параметров: режим Static, Centre – 800 см^{-1} . Регистрируя спектры образца полистирола, подобрать Exposure Time и мощность лазера таким образом, чтобы интенсивность пика 801,3 см^{-1} находилась в диапазоне от 4000 до 10000 единиц интенсивности. Снять спектр 10 (десять) раз и вычислить среднее значение ширины на полувысоте линии 801,3 см^{-1} (Width), используя процедуру Curve Fit в программном обеспечении.

8.4.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученное значение, не превышает 10 см^{-1} .

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 1).

9.2 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В.Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

П. С. Мальцев

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки
«Спектрометры комбинационного рассеяния, моделей inVia Basis и inVia Reflex»

ПРОТОКОЛ

**первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201__ года**

Средство измерений: Спектрометры комбинационного рассеяния, моделей inVia Basis и inVia Reflex

(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 «Спектрометры комбинационного рассеяния, моделей inVia Basis и inVia Reflex. Методика поверки МП Д4-17», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2017 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 от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность