

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по производству
ФГУП «ВНИИОФИ»



Р.А. Родин
«10» января 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры комбинационного рассеяния
MIRA**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 010.Д4-18**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«10» января 2018 г.

Москва
2018 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры комбинационного рассеяния MIRA (далее по тексту – спектрометры), предназначенные для идентификации и 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 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

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	ГСО 10833-2016 Стандартный образец состава 3,4-бензпирена (бенз(α)пирена) в ацетонитриле (C ₂₀ H ₁₂ СО УНИИМ) Массовая концентрация бенз(α)пирена от 95 до 105 мкг/см ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения массовой концентрации бенз(α)пирена (при P = 0,95) ± 2,0 %

ГСО 7814-2000 Стандартный образец состава толуола (Т-ЭК) Массовая доля толуола от 99,70 до 100,00 %; границы допусаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения массовой доли толуола (при P = 0,95) ± 0,3 %

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 спектрометров с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации спектрометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

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

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

5.3 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

5.4 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.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %, не более 93

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 Перед началом работы со спектрометрами необходимо внимательно изучить руководство по эксплуатации.

7.2 Установить батарейки или подключить спектрометр через USB разъем к ПК.

7.3 Установить держатель виал, входящий в комплект поставки спектрометра.

7.4 Включить прибор нажатием кнопки on/off на корпусе прибора. Ввести имя пользователя и пароль (заводские установки: User name: admin; Password: Change!),

подтвердить ввод нажатием клавиши [Login]. При этом на экране откроется главное окно программы (см. рисунок 1)

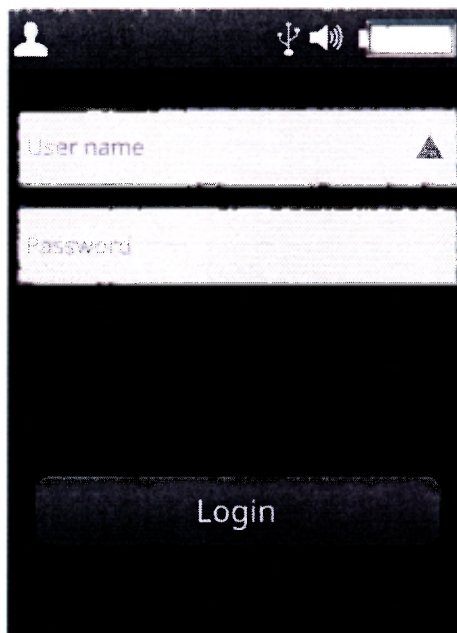


Рисунок 1

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 нормативно-технической документации;
- 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

Опробование производится путем измерения калибровочного образца раствора толуола в ацетонитриле идущего в комплекте со спектрометром.

8.2.1 Подключите спектрометр с помощью USB кабеля к персональному компьютеру с установленным программным обеспечением Mira Cal в соответствии с руководством по эксплуатации на программное обеспечение.

8.2.2 Перелейте калибровочный образец в виалу, входящую в комплект поставки спектрометра. В специальный разъем прибора установить держателя для виал и установите виалу с калибровочным образцом в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

8.2.3 Чтобы начать калибровку необходимо в программном обеспечении выбрать Instrument ► Calibrate instrument.

8.2.4 Спектрометры считаются прошедшими операцию опробования, если по завершении калибровки на основном окне появляется сообщение Calibration PASSED.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрометры.

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения - необходимо включить спектрометр. Наименование и номер версии программного обеспечения высвечиваются на экране при включении спектрометра.

8.3.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MiraCal
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.1 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

8.4.1.1 Заполнить виалу, входящую в комплект поставки спектрометра стандартным образцом 3,4-бензпирена (бенз(α)пирена) в ацетонитриле (ГСО 10833-2016) и установить виалу с ГСО в держатель для виал. В основном меню программы выбрать метод (Operation Procedure) Поверка. Нажмите клавишу [Next] (см. рисунок 2). В последующем меню включается лазер нажатием клавиши [Arm laser] и запускается измерение нажатием клавиши [Acquire]

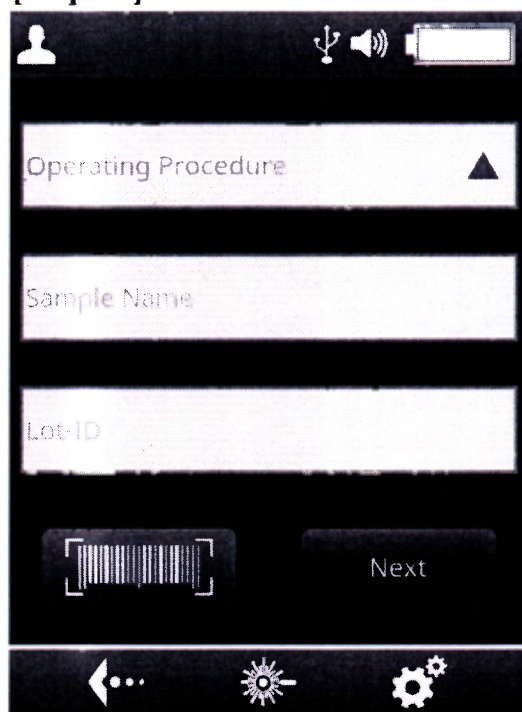


Рисунок 2

Записать спектр 5 (пять) раз. Определить положения максимумов пиков линий рамановского спектра ГСО 10833-2016 для ацетонитрила, указанных в таблице 4.

8.4.1.2 Повторить п. 8.4.1.1, используя стандартный образец состава толуола (ГСО 7814-2000). Определить положения максимумов пиков линий рамановского спектра толуола, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Положение максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца 2,4,6-тринитротолуола в ацетонитриле (А) и стандартного образца толуола (Т), с обозначением допустимых отклонений см ⁻¹ (согласно Стандартному руководству ASTM E1840-96(2014))
379,50 ± 0,92 (А)
521,70 ± 0,34 (Т)
786,50 ± 0,40 (Т)
919,00 ± 0,40 (А)
1003,60 ± 0,37 (Т)
1030,60 ± 0,36 (Т)
1211,40 ± 0,32(Т)
1605,10 ± 0,42 (Т)
2253,70 ± 0,42 (А)
2292,60 ± 0,89 (А)

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

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

где ν_i^j – значения волнового числа, соответствующее положению максимума i -го пика рамановского спектра при j -м измерении,

$n = 5$ – число измерений, см⁻¹.

8.4.1.4 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического каждой серии измерений волновых чисел S_x , абс.ед. по формуле 2:

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

8.4.1.5 Рассчитать значение случайной погрешности ε , абс. ед. каждой серии измерений волновых чисел по формуле 3:

$$\varepsilon = t \cdot S_x \quad (3)$$

где t – коэффициент Стьюдента (значение коэффициента Стьюдента для $n=5$ при $P=0,95$ по ГОСТ Р 8.736-2011 $t = 2,776$).

8.4.1.6 Рассчитать значение среднего квадратического отклонения неисключенной систематической погрешности S_θ , абс.ед. каждой серии измерений по формуле 4:

$$S_\theta = \frac{\theta_x}{\sqrt{3}} \quad (4)$$

где θ_x – допустимое отклонение опорных значений волновых чисел, указанное в таблице 4 для каждой линии толуола и ацетонитрила.

8.4.1.7 Рассчитать значение суммарного среднего квадратического отклонения S_Σ , абс. ед. каждой серии измерений волновых чисел по формуле 5:

$$S_\Sigma = \sqrt{S_\theta^2 + S_x^2} \quad (5)$$

8.4.1.8 Рассчитать значение относительной погрешности $\Delta_{отн}$, % каждой серии измерений волновых чисел по формуле 6 и выбрать среди них наибольшее:

$$\Delta_{отн} = \frac{K \cdot S_\Sigma}{\bar{\nu}_i} \cdot 100 \% \quad (6)$$

где K – коэффициент, который рассчитывается по формуле 7:

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma}}{S_x + S_{\theta}} \quad (7)$$

8.4.1.9 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон по шкале волновых чисел составляет от 400 до 2300 см⁻¹, а пределы относительной погрешности шкалы волновых чисел не превышают ± 3 %

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 02.07.2015 «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 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В.Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Инженер 1й категории ФГУП «ВНИИОФИ»



И.Н. Зябликова

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки
«Спектрометры комбинационного рассеяния MIRA»

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

Средство измерений: Спектрометры комбинационного рассеяния MIRA
(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 010.Д4-17 «Спектрометры комбинационного рассеяния MIRA. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 25 декабря 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, %, не более 93

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Спектральный диапазон, см ⁻¹		от 400 до 2300
Пределы допускаемой относительной погрешности шкалы волновых чисел, %		±3

Рекомендации _____

_____ Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность