

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И. Ханов

20 июня 2015

Спектрометр комбинационного рассеяния


DXRxi Raman Imaging Microscope

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1918-2015

н.р. 62126-15

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»


Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика распространяется на спектрометры комбинационного рассеяния DXRxi Raman Imaging Microscope и устанавливает методы и средства их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. Операции поверки

№ п.п.	Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операций поверки при:	
			периодической поверке	первичной поверке
1.	Внешний осмотр	6.1	да	да
2.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2	да	да
3.	Опробование	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4.1 6.4.2	да ¹⁾	да ¹⁾
5.	Определение метрологических характеристик по документу на методику измерений	—	да ²⁾	нет

Примечания: ¹⁾ Проводится:
 -при первичной поверке;
 -при периодической поверке в случае отсутствия стандартизированной (аттестованной) методики выполнения измерений.

²⁾ Проводится при наличии стандартизированной (аттестованной) методики выполнения измерений с использованием спектрометра. При этом п.4 не выполняется

Согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», допускается проводить периодическую поверку в соответствии с разделами «Контроль точности» аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик измерений или разделов «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизированных методик, введенных в действие приказом Росстандарта.

2. Средства поверки

Наименование средства поверки	Наименование документа на средство поверки
Образец из пленки из полистирола толщиной от 0,025 до 0,5 мм	ГОСТ 12998-85 или ГОСТ 20282-86
Термометр лабораторный ТЛ4-Б2 или аналогичный	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.
Барометр-анероид М-110 или аналогичный	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ).
Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М или аналогичный	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ).

3. Условия поверки.

- 3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|--|---------------------------------------|
| диапазон температуры окружающей среды | $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$; |
| диапазон атмосферного давления | от 84 до 106,7 кПа; |
| диапазон относительной влажности воздуха | не более 80 %; |
| напряжение питания | $(220^{+22}_{-33}) \text{ В}$; |
| частота питания переменного тока | $(50 \pm 1) \text{ Гц}$. |

Напряжение должно быть устойчивым и свободным от скачков.

Установка и подготовка спектрометров к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

4. Требования безопасности.

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации.

5. Требования к квалификации поверителей.

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие руководство по эксплуатации поверяемого спектрометра и методику его поверки; при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (в части работы с программой и съема данных).

6. Проведение поверки.

6.1. Внешний осмотр. При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности спектрометра технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Опробование.

6.2.1. Опробование прибора (самотестирование) осуществляется автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестов на экране компьютера появляется главное окно программы управления прибором. В противном случае на экран выводится сообщение об ошибке.

В случае успешного прохождения тестов осуществить прогрев прибора в течение 60 минут.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на кнопке с изображением символа «i» в кружке, в результате чего откроется окно, в котором приведены

идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

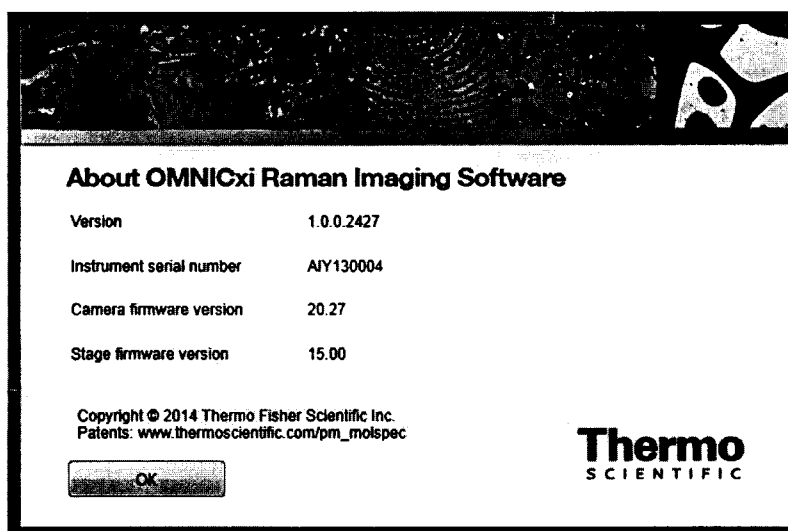


Рис.1. Копия экрана с идентификационными данными ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО 1.0 или выше.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение отношения сигнал/шум (с/ш)

6.4.1.1 Установить в кюветное отделение прибора образец пленки полистирола. Зарегистрировать спектр комбинационного рассеяния (КР) полистирола при следующих условиях:

- мощность лазера 5 мВт;
- диапазон волновых чисел $3400 - 50 \text{ см}^{-1}$;
- время экспозиции 0,02 с;
- число экспозиций 50.

6.4.1.2 Определяемое значение вычисляется автоматически и выводится в заголовке спектра в строке «Signal to noise ratio= » (рис.2).

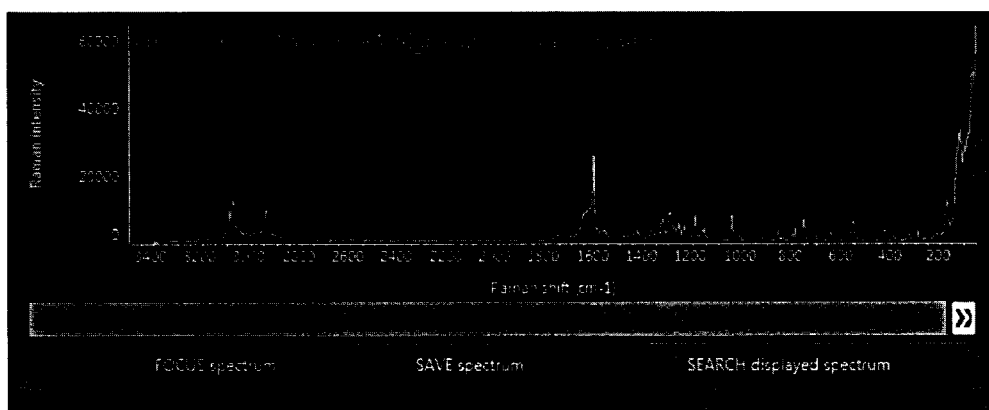


Рис.2 Определение отношения сигнал/шум

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.4.1, если отношение сигнал/шум не менее указанного в таблице 2.

Длина волны используемого лазера	532 нм; 455 нм	633 нм	780 нм
Минимально допустимое значение сигнал/шум	150:1	50:1	40:1

6.4.2 Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.2.1 Зарегистрировать 10 спектров КР полистирола без переустановки образца при следующих условиях: время экспозиции 0,02 с, число экспозиций 50.

6.4.2.2 Сохранить спектры на жестком диске компьютера.

6.4.2.3 Открыть сохраненные ранее спектры программой OMNIC или другой программой обработки спектров.

6.4.2.4 Путем наведения курсора на максимум пика $1001,4 \text{ см}^{-1}$ определить значение интенсивности в максимуме для каждого полученного спектра.

6.4.2.5 Рассчитать относительное СКО выходного сигнала (выраженное в %) по формуле:

$$S = \frac{100}{X_{\text{средн}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{\text{средн}})^2}{n-1}} \quad (1)$$

6.4.2.4. Прибор считается прошедшим поверку по п.6.4.2, если относительное СКО выходного сигнала не более 10,0%.

6.4.3. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

6.4.3.1. Установить следующие параметры регистрации спектров: решетка низкого разрешения, время экспозиции 0,05 с, число экспозиций 100.

6.4.3.2. Записать спектр КР полистирола 10 раз.

6.4.3.3. В каждом спектре определить положение максимумов спектральных линий вблизи волновых чисел 1001 и 1602 см^{-1} .

6.4.3.4. Определить среднее значение волнового числа по 10 измерениям.

6.4.3.5 Определить абсолютную погрешность шкалы волновых чисел по формуле:

$$\Delta V = V - V_{„i} \quad (2)$$

где: ν – измеренное значение волнового числа, соответствующего максимуму спектральной линии (среднее по 10 измерениям);

ν_{oi} - действительное значение волнового числа ($\nu_{oi} = 1001,4; 1602,3 \text{ см}^{-1}$).

6.4.3.6. За абсолютную погрешность шкалы волновых чисел принимают наибольшее значение $\Delta\nu$.

6.4.3.7. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4.3, если значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает $\pm 2,0 \text{ см}^{-1}$.

7. Оформление результатов поверки.

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1).

7.2. В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке.

7.3. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности спектрометра.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Протокол поверки № _____
Спектрометр модели _____

Зав.№ _____
Принадлежит _____
ИНН владельца _____
Дата выпуска _____
Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

Проверка проведена по документу _____

Средства поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра и проверки соответствия ПО

2. Результаты определения отношения сигнал/шум

3. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала

4. Результаты определения абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

Заключение _____

Поверитель _____ (ФИО) _____ (подпись) _____ дата