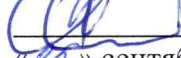


СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»


И.С. Филимонов
«16» сентября 2021 г.



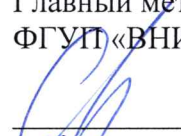
Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM Soleil

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 032.Д4-21

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
«16» сентября 2021 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»


В.Н. Крутиков
«16» сентября 2021 г.

Москва
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на Спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM Soleil (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Спектрометры предназначены для измерений содержания различных органических и неорганических веществ в твердых и жидких образцах по спектрам комбинационного рассеяния, а также для химического анализа поверхности твердых образцов в соответствии с аттестованными методами (методиками) измерений (при использовании в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений).

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к стандартным справочным данным о физических константах и свойствах веществ и материалов ГСССД 354-2019 «Максимумы пиков рамановского спектра ацетамидофенола, 1,4-бис(2-метилстирил) бензола, бензонитрила, нафталина, полистирола, серы, смеси толуола и ацетонитрила и циклогексана» Приказ Росстандарта №1707 от 23.07.2019 г. Поверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, см ⁻¹	от 380,0 до 2940,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности шкалы волновых чисел, см ⁻¹	± 3,0

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Проведение операций при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик средства измерений			
Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	10.1	Да	Да

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

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

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки	Средство поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Рекомендуемые типы средств поверки
Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец вещества, для которого прописаны максимумы пиков рамановского спектра в ГСССД 354-2019 «Максимумы пиков рамановского спектра ацетамидофенола, 1,4-бис(2-метилстирил) бензола, бензонитрила, нафталина, полистирола, серы, смеси толуола и ацетонитрила и циклогексана» Приказ Росстандарта №1707 от 23.07.2019 г.	Положение максимумов пиков линий рамановского спектра в диапазоне от 380 до 2940 см ⁻¹ Допустимое стандартное отклонения не более 0,96 см ⁻¹ ¹⁾	ГСО 8581-2004 Стандартный образец плотности жидкости (РЭП-3) Стандартный образец представляет собой Циклогексан по ГОСТ 14198-78 с плотностью при температуре (20,00 ± 0,01) °С от 772,2 до 787,2 кг/м ³ , границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения плотности циклогексана (при Р = 0,95) ± 0,05 %
Вспомогательное оборудование	Измерители параметров микроклимата	Диапазон измерений температуры от минус 10 до + 50 °С Диапазон измерений относительной влажности от 30 до 98 % Диапазон измерений абсолютного атмосферного давления от 80 до 110 кПа	Измерители параметров микроклимата Метеоскоп рег. № 32014-06
¹⁾ значения положения максимумов пиков линий рамановского спектра циклогексана и значения допустимое стандартное отклонения по ГСССД 354-2019 приведены в таблице 5			

3.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

3.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (далее – РЭ) спектрометра и средств поверки, а также их правила хранения и применения, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н, и имеющих опыт работы с высокоточными средствами измерений в области спектрометрии; прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 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.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 Все этапы поверки проводят при следующих условиях:

- | | |
|--|--------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5 |
| - относительная влажность, %, не более | 80 |
| - атмосферное давление, кПа | от 94 до 106 |

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 Комплектность поверяемого спектрометра должна соответствовать комплектности, приведенной в описание типа.

7.2 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей поверяемый фотометр;
- отсутствие на наружных поверхностях поверяемого спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

7.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения, а комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.2 Проверка выхода на рабочий режим спектрометра проводится путём включения спектрометра в соответствии с указаниями, приведёнными в руководстве по эксплуатации и запуску программы «LabSpec»

8.3 После прогрева спектрометра (выхода на режим) на дисплее отображается главное меню спектрометра и программное обеспечение спектрометра не выдаёт ошибок.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр.

Для проверки программного обеспечения выполнить проверку версии программного обеспечения спектрометра необходимо в главном меню вывести информацию ПО как показано на рисунке 1.

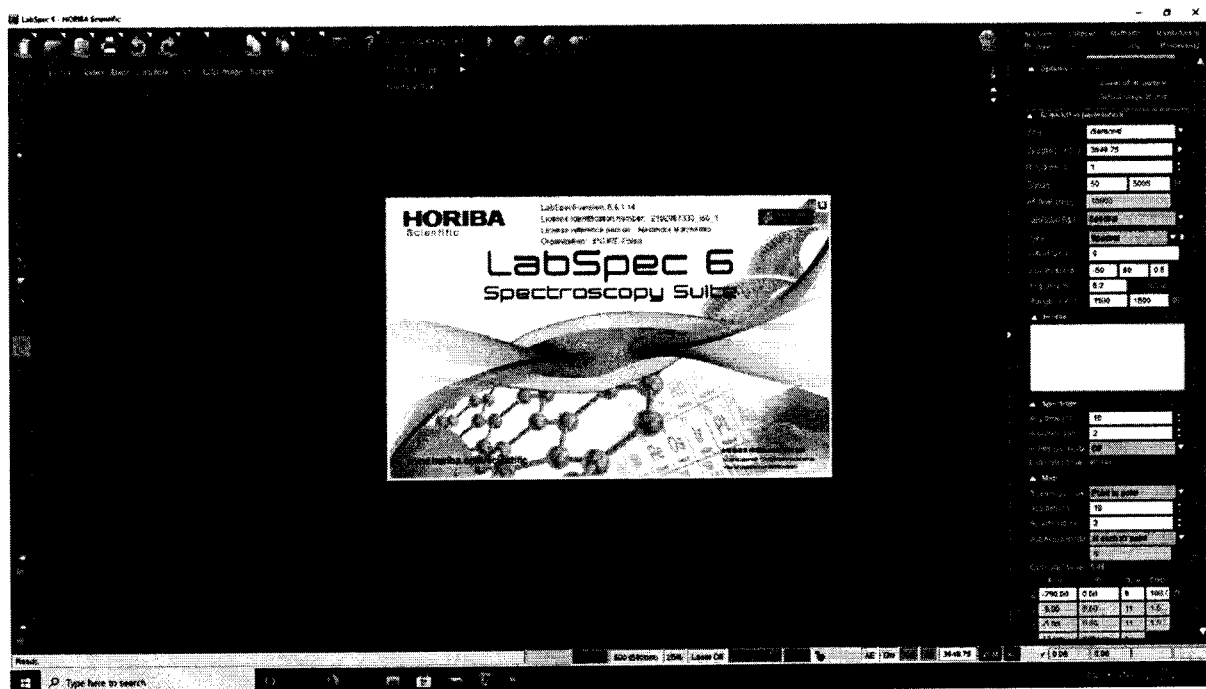


Рис. 1 Проверка наименования и версии ПО спектрометра

9.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSpec
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	не ниже 6.0
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

10.1.1 Установить стандартный образец ГСО 8581-2004 в закрытой таре из прозрачного стекла, габаритные размеры которой позволяют поместить ее на предметный столик спектрометра.

10.1.2 Провести настройки спектрометра в вкладке «Acquisition» как указана на рисунках 2 и 3.

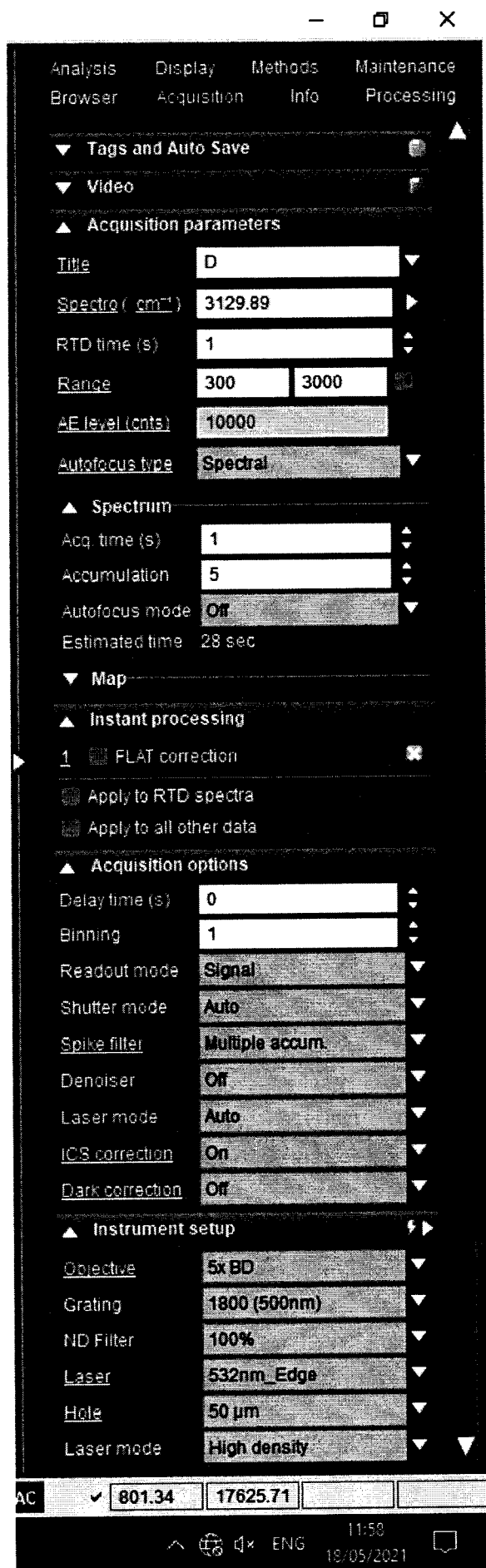


Рисунок 2 – настройка спектрометра для проведения анализа

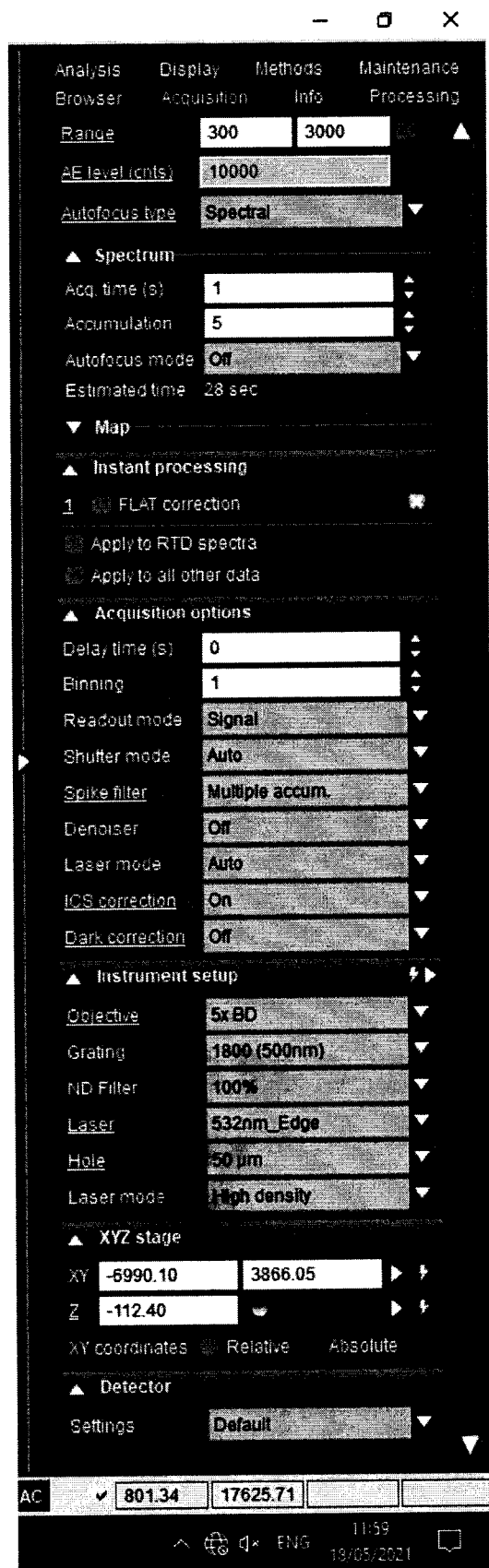


Рисунок 3 – настройка спектрометра для проведения анализа (продолжение)

10.1.3 Провести измерение спектра комбинационного рассеяния ГСО 8581-2004.

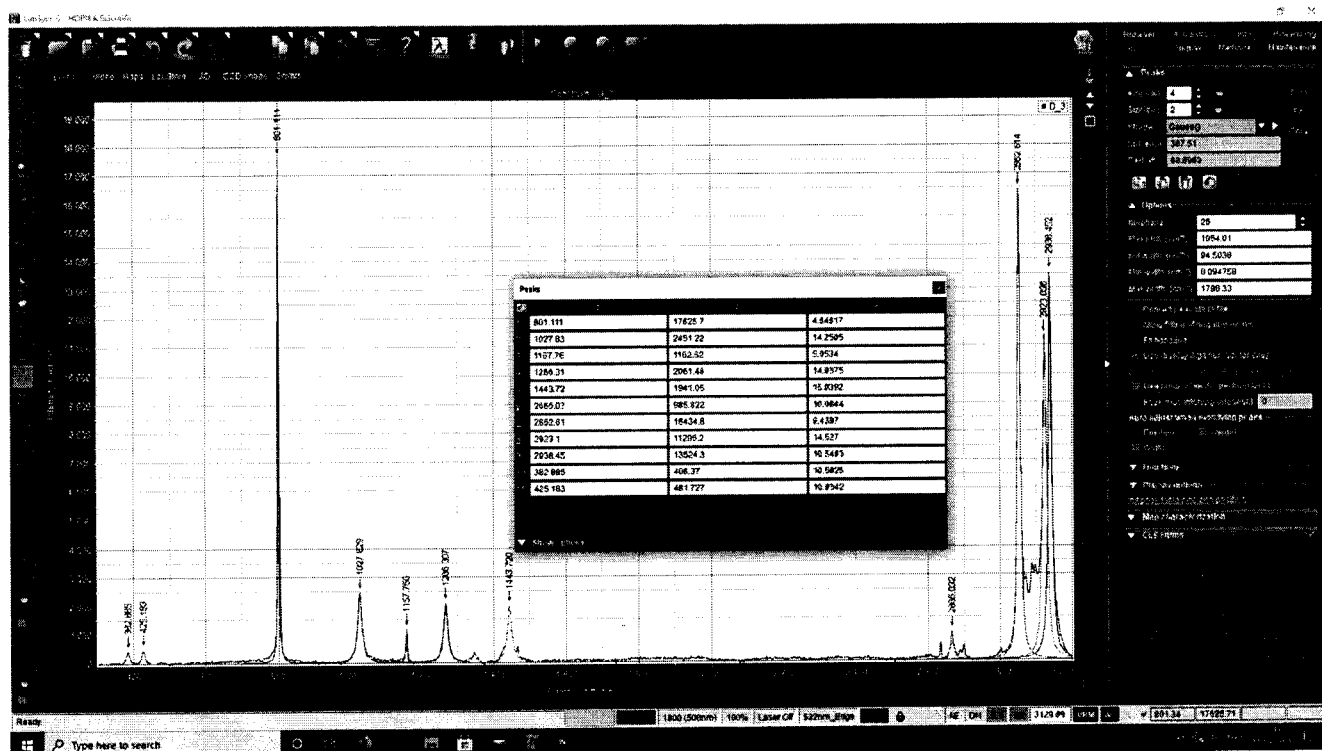


Рисунок 4 вывод результата анализа.

10.1.4 Повторить действие, описанное в п. 10.1.3 ещё 4 раза

10.1.5 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1.

10.1.6 Спектрометры считают прошедшими операцию поверки с положительным результатом, если спектральный диапазон составляет от 380,0 до 2940,0 см⁻¹, пределы допускаемой абсолютной погрешности шкалы волновых чисел ± 3,0 см⁻¹.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений волновых чисел.

11.1.1 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, см⁻¹, соответствующее положению максимума i -го пика рамановского спектра при j -м измерении;

n – число измерений, равное 5.

11.1.2 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического каждой серии измерений волновых чисел S_x , см⁻¹, по формуле (2):

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

11.1.3 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 $t = 2,776$ при $P=0,95$ по ГОСТ Р 8.736-2011).

11.1.4 Рассчитать границу абсолютной неисключенной систематической погрешности результата измерений волнового числа при доверительной вероятности $P = 0,95$ по формуле

$$Q_v = \pm \sum_{i=1}^m |Q_{iv}| = \pm (|\bar{v} - v_{3j}| + |\Delta v_{3j}|) \quad (4)$$

где Q_{iv} – граница i -й неисключенной систематической погрешности результата измерений оптической плотности;

Δv_{3j} – допустимое стандартное отклонение положения максимумов пиков линий рамановского спектра для циклогексана, указанное в таблице 5, см^{-1} ;

v_{3j} – значение положения максимумов пиков линий рамановского спектра для циклогексана, указанное в таблице 5, см^{-1} .

m – число суммируемых НСП, $m = 2$

11.1.5 Рассчитать значение абсолютной погрешности результата измерений шкалы волновых чисел по формуле

$$\Delta_v = k \cdot S_{v\text{сумм}} \quad (5)$$

где k – коэффициент, рассчитываемый по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma}}{S_x + S_{\theta}} \quad (6)$$

$S_{v\text{сумм}}$ – оценка суммарного СКО рассчитывается по формуле

$$S_{v\text{сумм}} = \sqrt{\left(\frac{Q_v}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_v^2} \quad (7)$$

Таблица 5 максимумов пиков линий рамановского спектра циклогексана в соответствии с ГСССД 354-2019

№	Значение	
	Положение максимумов пиков линий рамановского спектра образца циклогексана, см^{-1}	Допустимое стандартное отклонения, см^{-1}
1	384,10	$\pm 0,78$
2	426,30	$\pm 0,41$
3	801,30	$\pm 0,96$
4	1028,30	$\pm 0,45$
5	1157,60	$\pm 0,94$
6	1266,40	$\pm 0,58$
7	1444,40	$\pm 0,30$
8	2664,40	$\pm 0,42$
9	2852,90	$\pm 0,32$
10	2923,80	$\pm 0,36$
11	2938,30	$\pm 0,51$

11.1.6 Спектрометры считают прошедшими операцию поверки с положительным результатом, если полученные значения метрологических характеристик соответствуют значениям, указанным в таблице 6.

Таблица 6 – Значения метрологических характеристик спектрометров

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, см ⁻¹	от 380,0 до 2940,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности шкалы волновых чисел, см ⁻¹	± 3,0

11.2 Спектрометры считаются прошедшими поверку с положительным результатом и допускаются к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом. В ином случае спектрометры считаются прошедшими поверку с отрицательным результатом и не допускаются к применению.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 При положительных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.3 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4



А.В. Иванов

Н.Ю. Грязских

Приложение А
(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки
ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ

Спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM Soleil

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)

Заводской номер:

Год выпуска:

Владелец СИ:

ИНН владельца СИ:

Применяемые эталоны:

Применяемая методика поверки: МП 032.Д4-21 «ГСИ. Спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM Soleil». Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Спектральный диапазон, см ⁻¹	от 380,0 до 2940,0		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности шкалы волновых чисел, см ⁻¹	±3,0		

5 Заключение по результатам поверки:

Начальник
отдела:

Подпись Фамилия И.О.

Дата поверки:

Поверитель:

Подпись Фамилия И.О.