

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская
«19» января 2017г

Государственная система обеспечения единства измерений

**Экспресс-анализаторы рамановские портативные
«ИнСпектр»**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 038.Д4-17**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«19» января 2017г

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Экспресс-анализаторы рамановские портативные «ИнСпектр» (далее по тексту – анализаторы), предназначены для измерения спектров рамановского рассеяния жидкостей, твердых тел, порошков, гелей (в том числе бытовой химии, лекарств, драгоценных камней и нефтепродуктов) 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	
			Первичная	Периодическая
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 относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) и 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.

2.4 Допускается проведение поверки по необходимой заказчику части диапазона.

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 14198-78

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 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 анализаторов.

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 анализаторов.

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 утвержденные приказом министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 24.07.2013 N 328н. 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 анализаторов;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение на право проведения поверки 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, %, не более..... 80
- атмосферное давление, мм рт.ст..... от 720 до 790

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

7 Подготовка к поверке

7.1 Необходимо установить на выходное отверстие лазерного излучения анализатора насадку №1 для измерения жидкостей и порошков в закрытых виалах из его состава.

7.2 Провести процедуру прогрева прибора. Для этого необходимо запустить программное обеспечение и установить на вкладке *Измерение* галочку в окошке *Непр.* (режим при котором лазер работает непрерывно), установить в окошке *Эксп.* время экспозиции 100 мс и нажать кнопку *Старт*. После работы прибора с включенным лазером в течение 10 минут следует остановить измерение кнопкой *Стоп*.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром анализаторов должно быть установлено:

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

8.1.2 Анализаторы 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 циклогексана от линии $801,3 \text{ см}^{-1}$ на образце циклогексана, идущего в комплекте с анализатором.

8.2.2 Поместить виалу с циклогексаном в насадку №1. Установить необходимые параметры для снятия спектра приведенные в таблице 3.

Таблица 3

R532	R1064	Report
Время экспозиции устанавливается таким, чтобы амплитуда в максимуме сигнала рамановского рассеяния составила от 10 до 50 тысяч отсчетов АЦП		
Число экспозиций устанавливается таким, чтобы суммарное время измерения (накопления сигнала) составило от 10 до 30 с		

8.2.3 Анализаторы считаются прошедшими опробование, если отклонение линии Рамановского спектра циклогексана от линии $801,3 \text{ см}^{-1}$ составляет не более $\pm 2 \text{ см}^{-1}$.

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 Анализаторы 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		
	R532	R1064	Report
Идентификационное наименование ПО	EnSpectr_Professional		EnSpectr
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.0.0.2505 и выше		1.0.0-2122 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-		

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона и расчет относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) и относительной погрешности шкалы волновых чисел

8.4.1.1 Установить виалу с ГСО 8581-2004 в насадку № 1 и записать спектр 10 (десять) раз. Для этого следует использовать параметры приведенные в таблице 3.

8.4.1.2 Определить положения максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004, указанных в таблице 5.

Таблица 5

Положение максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана с обозначением допустимых отклонений, см ⁻¹
384,10 ± 0,78
426,30 ± 0,41
801,30 ± 0,96
1028,30 ± 0,45
1157,60 ± 0,94
1266,40 ± 0,58
1444,40 ± 0,30
2852,90 ± 0,32
2923,80 ± 0,36

Для этого необходимо установить на вкладке *Измерение* галочку в окошке *Линии*. Программа автоматически отобразит волновые числа максимумов пиков.

Рассчитать среднее арифметическое значение каждого волнового числа $\bar{\nu}_i$, см⁻¹ 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.

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

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

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

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

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

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

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

8.4.1.6 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} – неисключенная систематическая погрешность опорных значений волновых чисел, указанная в таблице 5 для каждой линии циклогексана согласно стандарту ASTM E1840-96, см⁻¹.

8.4.1.7 Рассчитать отклонение среднего арифметического значения волнового числа (S_A), соответствующего положению максимума рамановского спектра от опорных значений волновых чисел каждой серии измерений по формуле 6:

$$S_A = |\bar{\nu}_i - \nu_A| \quad (6)$$

где ν_A – опорное значения волнового числа, указанное в таблице 5 для каждой линии циклогексана согласно стандарту ASTM E1840-96, см^{-1} .

8.4.1.7 Рассчитать значение суммарного среднего квадратического отклонения S_Σ каждой серии измерений волновых чисел по формуле 7:

$$S_\Sigma = \sqrt{S_\Theta^2 + S_x^2 + S_A^2} \quad (7)$$

8.4.1.8 Рассчитать значение относительной погрешности $\Delta_{\text{отн}}$ каждой серии измерений волновых чисел по формуле 8 и выбрать среди них наибольшее:

$$\Delta_{\text{отн}} = \frac{K \cdot S_\Sigma}{\nu_A} \cdot 100\% \quad (8)$$

где K – коэффициент, который рассчитывается по формуле 9:

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_\Sigma}{S_x + S_\Theta} \quad (9)$$

8.4.1.9 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если для всех моделей анализаторов выполняются требования, приведенные в таблице 6:

Таблица 6

Наименование характеристики	Значение характеристики		
	R532	Report	R1064
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см^{-1}	от 380 до 3000		
Пределы допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) измерений волновых чисел, %, не более	±1		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений волновых чисел, %, не более	±1		

8.4.2 Определение спектрального разрешения

8.4.2.1 Спектральное разрешение определяется путем измерения ширины на полувысоте линии $2852,9 \text{ см}^{-1}$ рамановского спектра образца ГСО 8581-2004.

8.4.2.2 Для этого необходимо установить на вкладке Измерение галочку в окошке [ш]. После этого автоматически над значениями максимумов каждой линии спектра отобразится значение ширины на полувысоте пика в квадратных скобках.

8.4.2.3 Необходимо рассчитать среднее арифметическое всех значений ширины на полувысоте линии $2852,9 \text{ см}^{-1}$ измеренных спектров образца ГСО 8581-2004 п. 8.4.2.1

8.4.2.4 За спектральное разрешение принимают наибольшее значение ширины на полувысоте линии $2852,9 \text{ см}^{-1}$ образца ГСО 8581-2004.

8.4.2.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если спектральное разрешение не превышает 25 см^{-1} .

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 1).

9.2 Анализаторы, 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».

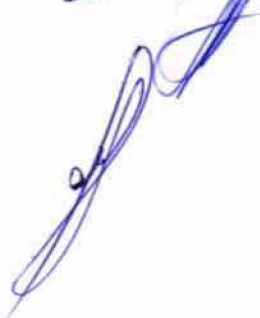
9.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства 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
«Экспресс-анализаторы рамановские портативные «ИнСпектр»»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201_ года

Средство измерений: Экспресс-анализаторы рамановские портативные «ИнСпектр»

(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 «Экспресс-анализаторы рамановские портативные «ИнСпектр». Методика поверки МП 038.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, %, не более 80
- атмосферное давление, мм рт. ст. от 720 до 790

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность