

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



Н.И. Ханов

25 / 11

2015 г.

Спектрометры комбинационного (рамановского) рассеяния
моделей TruScan RM и TruScan GP

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1970-2015

и.р. 63149-16

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

Л. А. Конопелько

Ст. научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

Настоящая методика распространяется на спектрометры комбинационного (рамановского) рассеяния моделей TruScan RM и TruScan GP 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

При проведении поверки должны выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 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.	Опробование	6.2	да	да
3.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

2. Средства поверки

1. Стандартный образец состава гексадекана ГСО 7289-96.
2. Стандартный образец состава толуола ГСО 7814-2000.
3. Термогирометр электронный.
4. Барометр-анероид или барометр цифровой.

Для поверки допускается использовать другие стандартные образцы, аналогичные по составу и метрологическим характеристикам и допущенные к применению в РФ в установленном порядке. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта, а средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² ₋₃₃) В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

Напряжение питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

4. Требования безопасности

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

5. Требования к квалификации поверителей

- 4.2, если определенное значение абсолютн- имеющие опыт работы со
- 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 (под контролем поверителя в части работы с программой и съема данных).

6. Проведение поверки.

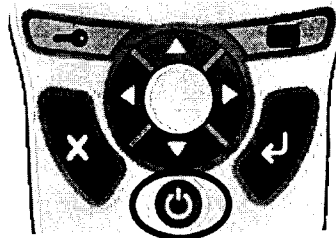
6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

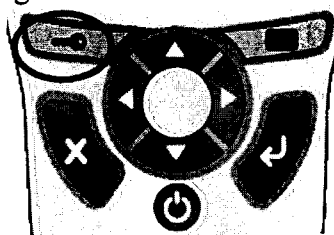
- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность экрана.

6.2. Опробование.

6.2.1. Включить питание прибора кнопкой «Питание» на лицевой панели прибора.



6.2.2. Нажать на клавишу «Login».

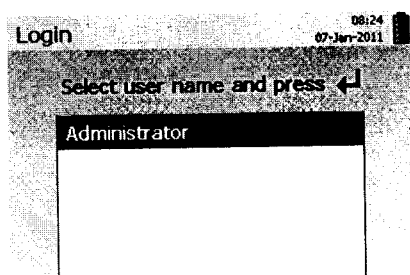


На экране появится окно «Выбор пользователя» (Select user). В этом окне выбрать «administrator» и в следующем открывшемся окне ввести пароль.

6.2.3. После ведения пароля на дисплее откроется главное меню.

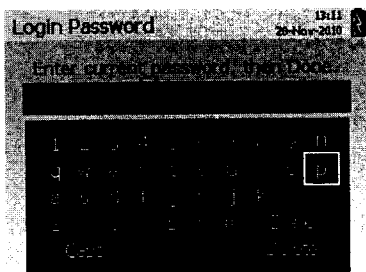
6.2.4. В случае успешного прохождения операций по п.п. 6.2.1 - 6.2.3 прибор считается прошедшим опробование.

6.2.5. Вид дисплея при выполнении п.п. 6.2.1 - 6.2.3. показан на рис.1.

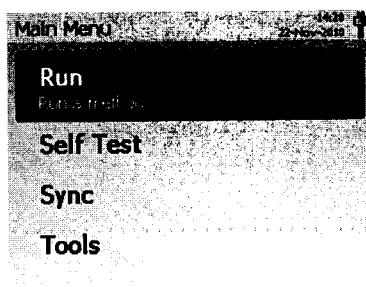


Select user name and press «Enter» (Esc to cancel)	Выберите имя пользователя и нажмите «Ввод» (Нажмите «Esc (X)» для отмены)
--	---

Рис. 1. Вид дисплея при выполнении операций опробования



Enter current Password, then «Done» (Esc to cancel)	Введите текущий пароль, затем нажмите «Done» (Нажмите «Esc (X)» для отмены.)
---	--



Главное меню	
Run	Пуск
Self Test	Калибровка
Sync	Синхронизация
Tools	Инструменты

Рис. 1 (продолжение). Вид дисплея при выполнении операций опробования

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1. Определение номера версии встроенного ПО.

6.3.2. Версию встроенного ПО идентифицируем, выполняя следующие операции:

- В главном меню выбрать пункт **Tools (Инструменты)** и нажать на лицевой панели прибора клавишу **Ввод (Enter)**.

- Выберите раздел **About System (О системе)** На экране появится список данных. Запишите данные о версии встроенного ПО (Software Version)

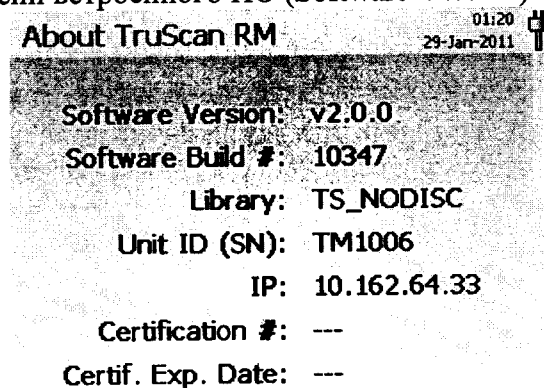


Рис.2. Копия дисплея с идентификационными данными версии ПО (Software Version).

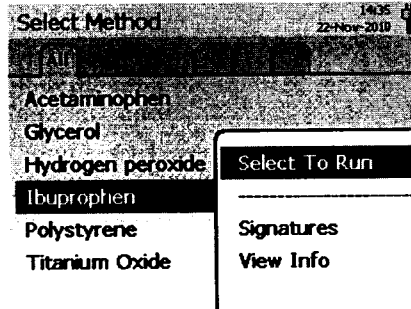
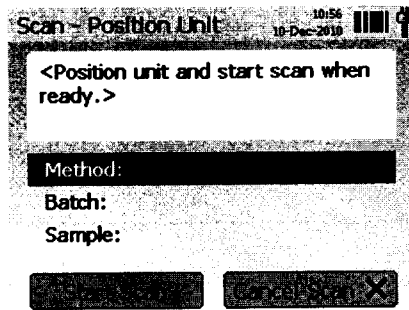
6.3.3. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.2.6, если номер версии ПО не ниже 2.0.0.

6.4. Определение метрологических характеристик

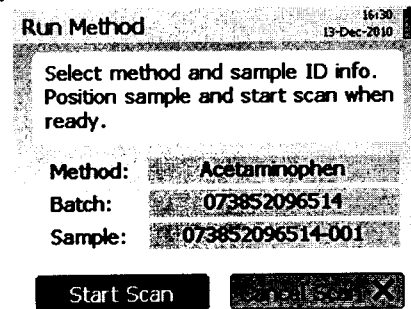
6.4.1. Определение отношения сигнал/шум (с/ш) и относительного СКО выходного сигнала.

6.4.1.1. Установить ампулу со стандартным образцом состава гексадекана в держатель виал.

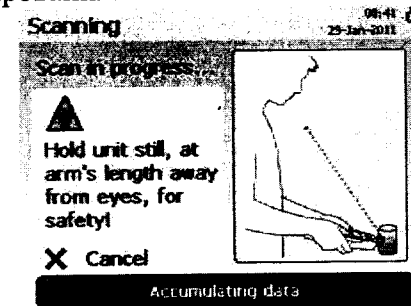
6.4.1.2. В главном меню выбрать пункт **Run** и нажать на лицевой панели прибора клавишу **Ввод (Enter)**. После чего выберите раздел **Метод (Method)** На экране появится список доступных методов.



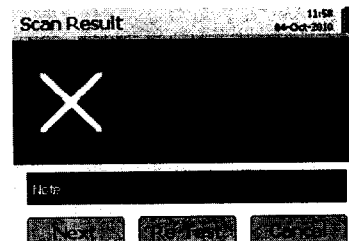
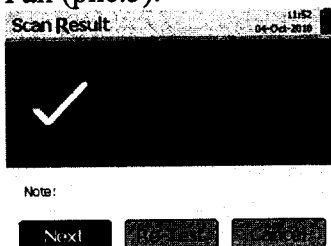
6.4.1.3. В списке следует выбрать метод «Гексодекан» (Hexadecane), после чего откроется окно, в строке Batch (Партия) ввести номер образца (Номер партии, обозначенный на ампуле ГСО).



6.4.1.4. После этого нажмите клавишу Сканировать (Start Scan). Запустится автоматический процесс сканирования.



6.4.1.5. После того, как измерение закончится, на экране появится экран Pass или Fail (рис.3).



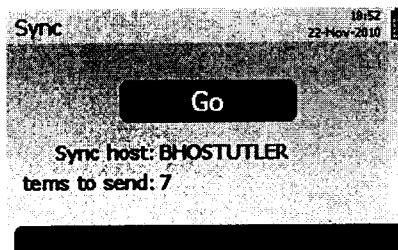
Scan Result	Результат сканирования	Scan Result	Результат сканирования
Pass	Пройдено	Fail	Не пройдено
Note	Добавить заметку	Note	Добавить заметку
Method	Метод	Method	Метод
Batch	Партия	Batch	Партия
Sample	Образец	Sample	Образец

Рис.3. Экран после выполнения измерения.

6.4.1.6. Появление экрана PASS или FAIL означает, что процесс анализа завершен, и в памяти устройства была создана электронная запись спектра. Нажмите клавишу Esc для возврата в главное меню.

6.4.1.7. Операции, указанные в п. 6.4.1.3...6.4.1.5, повторить 10 раз.

Подключить спектрометр к персональному компьютеру согласно РЭ (раздел Сетевая конфигурация С, стр.103). На приборе перейти в главное меню и выбрать команду Sync (Синхронизация) (см. рис.1). В открывшемся окне нажать кнопку Go (Enter).



После завершения синхронизации все файлы будут перенесены на компьютер в директорию: C:\results

6.4.1.8. Открыть файлы на компьютере с помощью программы для просмотра спектров (например, SpekWin 32). Формат файла SPC.

Вид спектров представлен на рис. 3, 4 и 5.

6.4.1.9. Пользуясь кнопками мыши, масштабировать спектр и выделить максимум линии 1302 см^{-1} (рис.5). Последовательно наводя курсор мыши на максимумы линии 1302 см^{-1} (рис.5), записать интенсивность каждой линии. Рассчитать относительное СКО выходного сигнала (выраженное в %) по формуле:

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

6.4.1.10. Для расчета ввести полученные данные в таблицы (например, EXCEL). Рассчитать среднее значение интенсивности линии и относительное СКО интенсивности линии, используя соответствующие функции данных таблиц.

6.4.1.11. Увеличить часть спектра, соответствующую спектральной области от 1750 до 1950 см^{-1} и зафиксировать размах шума в области от 1800 до 1900 см^{-1} . Полученный результат использовать как значение шума, используемое при расчете отношения сигнал/шум.

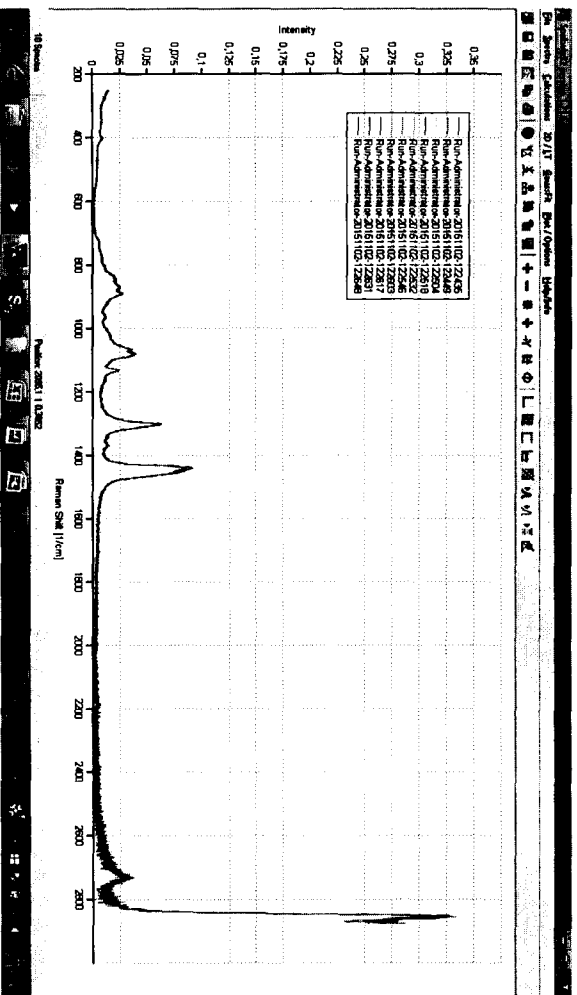


Рис. 4 Обзорный спектр гексадекана

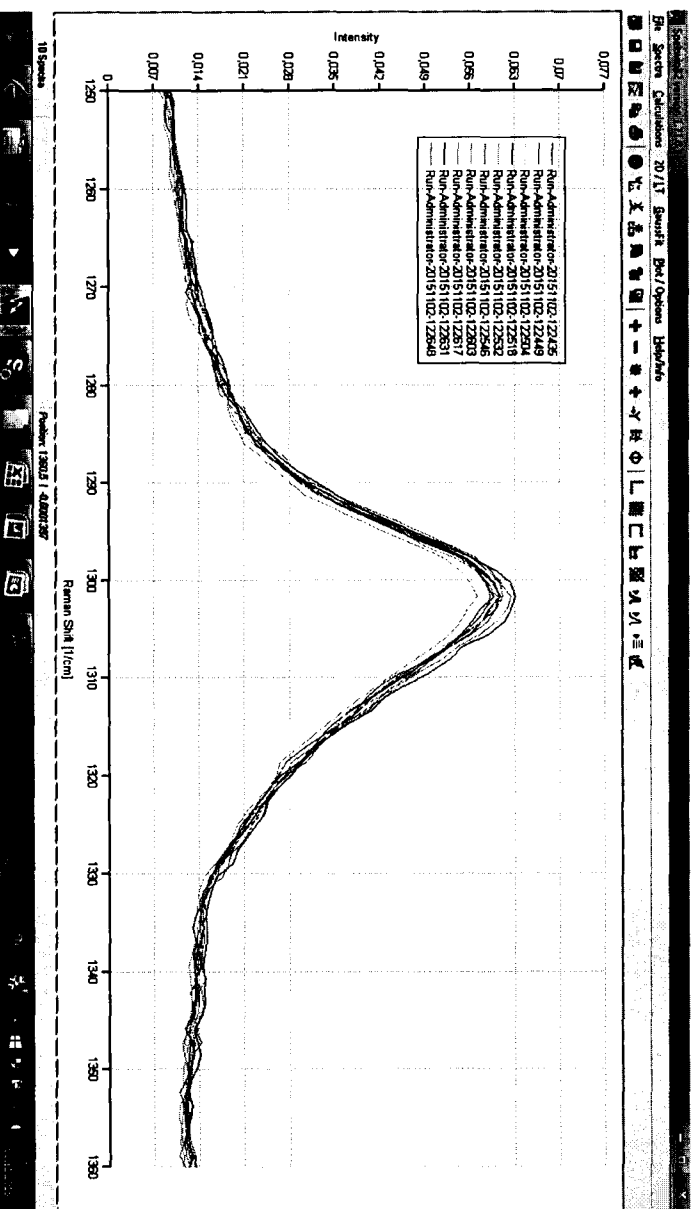


Рис. 5. Спектральные линии, используемые для расчетов (n=10).

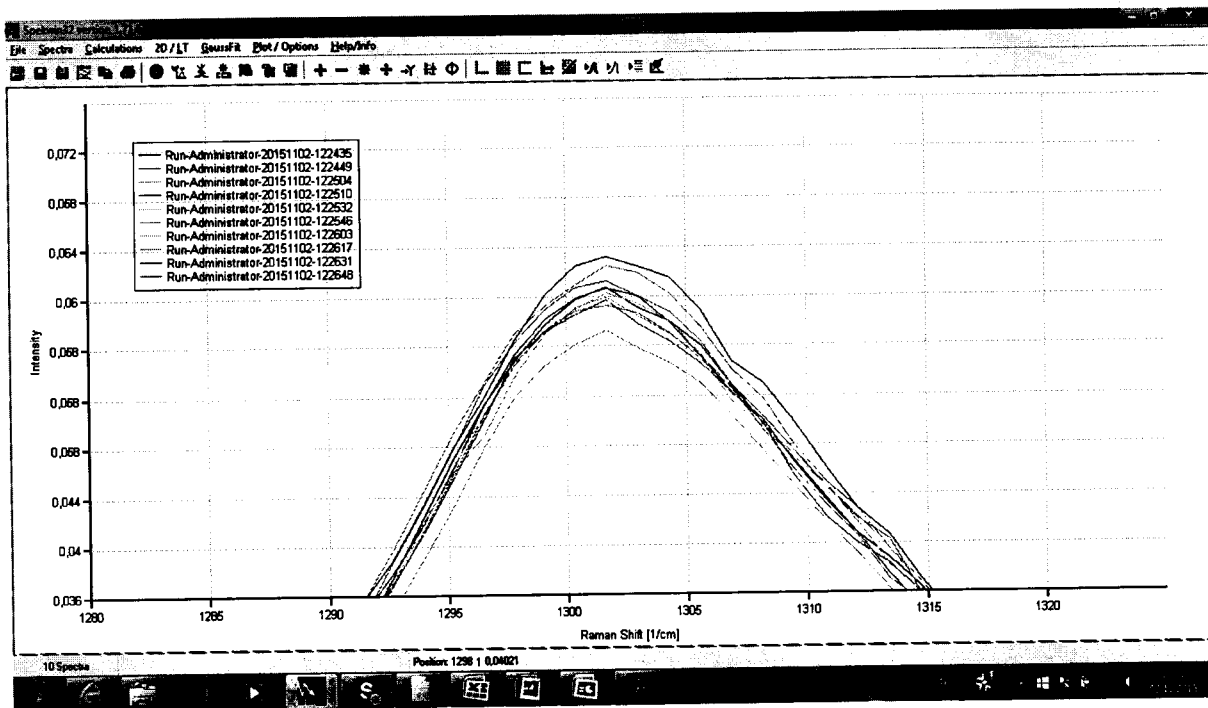


Рис.6. Максимумы линий, используемые для расчетов.

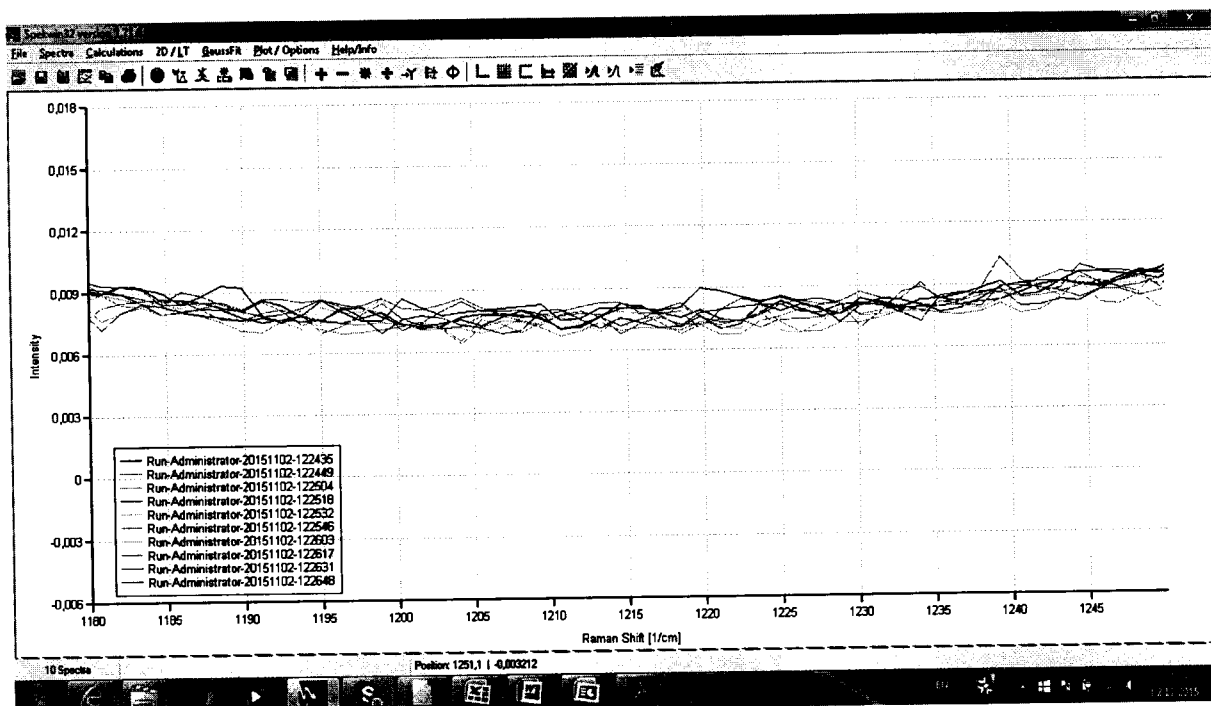


Рис.7. Спектр шума.

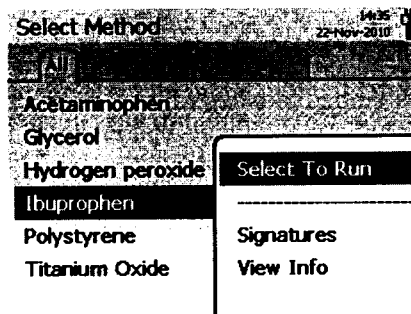
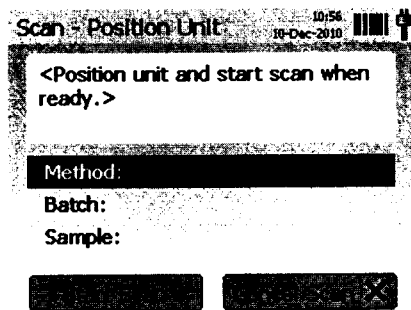
6.4.1.12. Вычислить отношение s/σ как отношение среднего значения интенсивности линии, полученное в п.6.4.1.10 к размаху шумов (п.6.4.1.11).

6.4.1.13. Спектрометр считается прошедшим поверку по п.6.4.1, если отношение сигнал/шум не менее 10, а относительное СКО выходного сигнала не более 5,0 %.

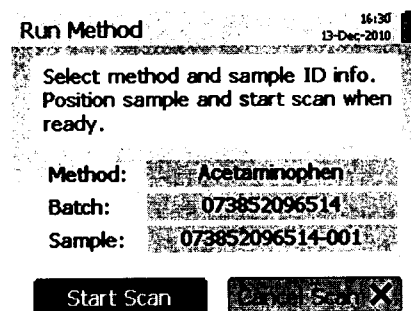
6.4.2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

6.4.2.1. Установить стандартный образец толуола в держатель виал.

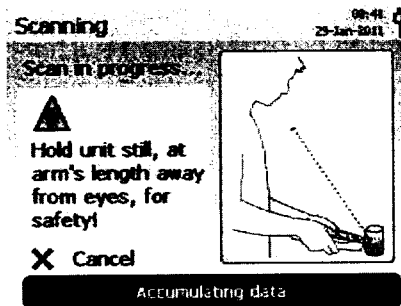
6.4.2.2. В главном меню выбрать пункт **Run** и нажать на лицевой панели прибора клавишу Ввод (Enter). После чего выберите раздел Метод (Method) На экране появится список доступных методов.



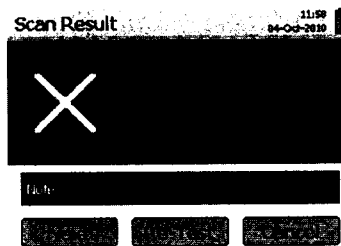
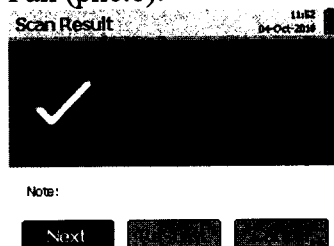
В списке следует выбрать метод «Толуол» (toluene), после чего откроется окно, в строке Batch (Партия) ввести номер образца (Номер партии, обозначенный на ампуле ГСО).



Нажмите клавишу Сканировать (Start Scan). Запустится автоматический процесс сканирования.



6.4.2.3. После того, как измерение закончится, на экране появится экран Pass или Fail (рис.8).

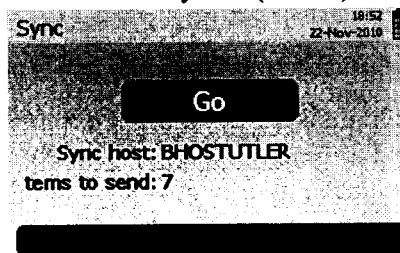


Scan Result	Результат сканирования	Scan Result	Результат сканирования
Pass	Пройдено	Fail	Не пройдено
Note	Добавить заметку	Note	Добавить заметку
Method	Метод	Method	Метод
Batch	Партия	Batch	Партия
Sample	Образец	Sample	Образец

Рис.8. Экран после выполнения измерения.

6.4.2.4. Появление экрана PASS или FAIL означает, что процесс анализа завершен, и в памяти устройства была создана электронная запись спектра. Нажмите клавишу **Esc** для возврата в главное меню.

6.4.2.5. Перейти в главное меню и выбрать команду **Sync (Синхронизация)** (см. рис.1). В открывшемся окне нажать кнопку **Go (Enter)**.



6.4.2.6. После завершения синхронизации все файлы будут перенесены на компьютер в директорию: **C:\results**

6.4.2.7. Открыть файл на компьютере с помощью программы для просмотра спектров (например, **SpekWin 32**). Формат файла **SPC**. Вид спектра представлен на рис. 9.

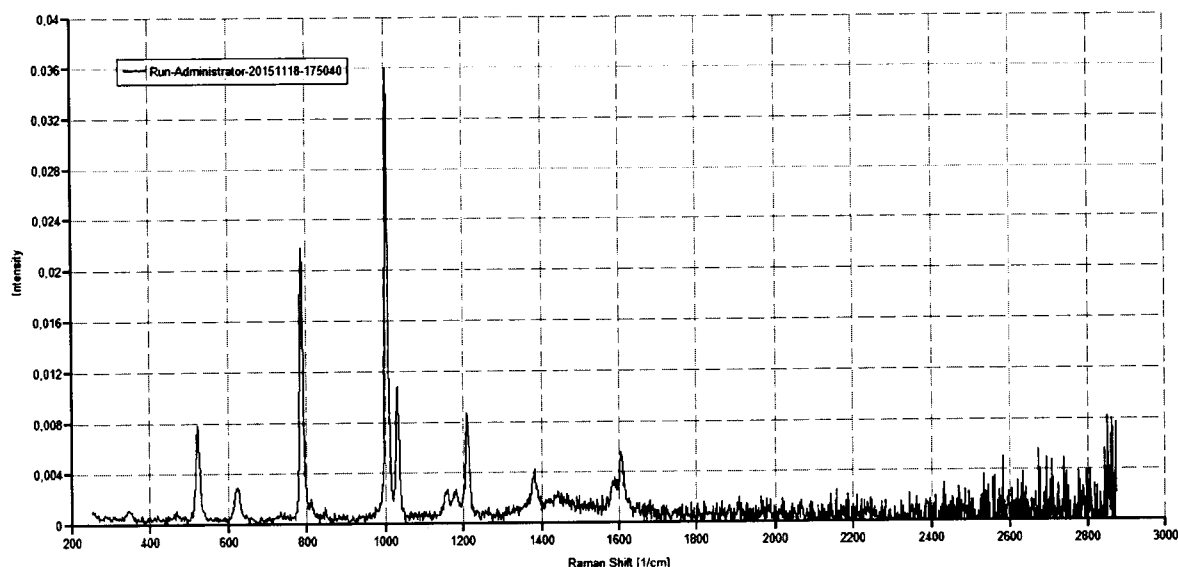


Рис.9. Спектр толуола

6.4.2.8. Используя указатель мыши определить положение максимумов спектральных линий вблизи волновых чисел **521,7; 786,5; 1003,6; 1030,6; 1211,4 см⁻¹**.

6.4.2.9. Определить абсолютную погрешность шкалы волновых чисел по формуле:

$$\Delta k = k_i - k_{0i} \quad (2)$$

где: k_i – измеренное значение волнового числа, соответствующего максимуму спектральной линии;

k_{0i} - действительное значение волнового числа ($k_{0i} = 521,7; 786,5; 1003,6; 1030,6; 1211,4 \text{ см}^{-1}$).

6.4.2.10. Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.4.2, если определенное значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает $\pm 3,0 \text{ см}^{-1}$.

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