



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
К.В.Гоголинский

25 марта 2016 г.

ЗАМ. ДИРЕКТОРА
Е. П. КРАЙЦОВ
Доверенность №1
от 21 марта 2016 г.

Спектрометры комбинационного рассеяния света
(рамановские спектрометры)

BRAVO

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

н.р.64402-16

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

Л. А. Конопелько

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

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург

2016

Настоящая методика распространяется на спектрометры комбинационного рассеяния (рамановские спектрометры) BRAVO (далее по тексту –спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до 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	да	да

2. Средства поверки

Наименование средства поверки	Наименование документа на средство поверки
Образец полистирола (диаметр 10 мм; высота 50 мм).	ГОСТ 20282-86
Термогигрометр любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ.	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %. Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.
Барометр-анероид М-110 (или аналогичный)	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 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 питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

Установка и подготовка спектрометров к поверке, 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) под контролем поверителя.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

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

Вид спереди

Вид сзади

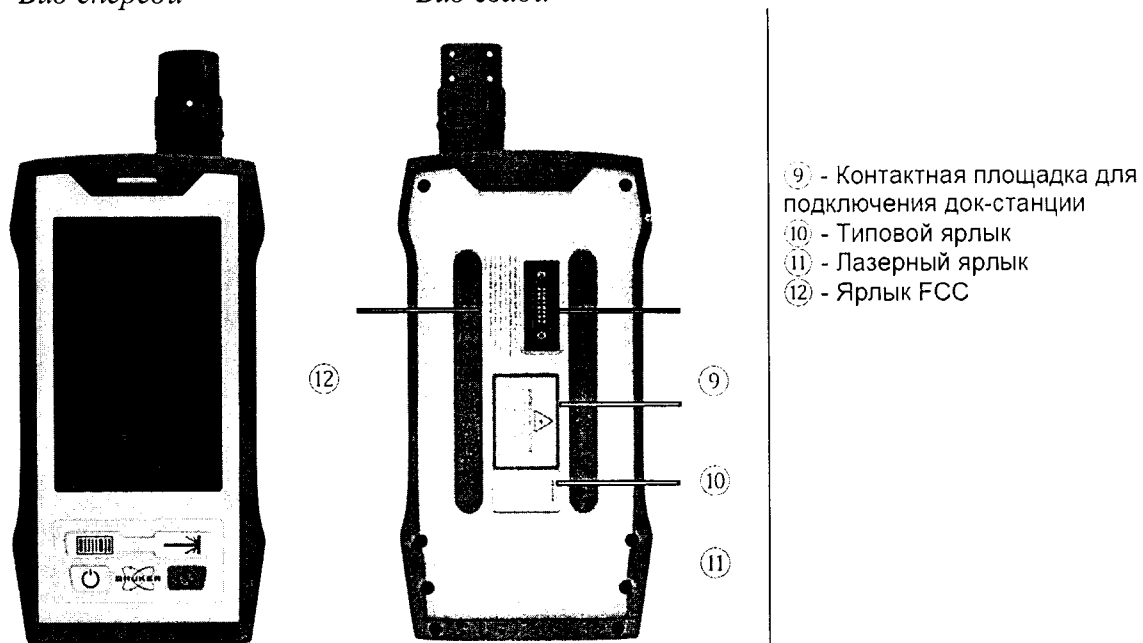


Рис 1. Спектрометр BRAVO,
10 - маркировка;

6.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Определение номера версии встроенного ПО.

6.2.1.2. Версия встроенного ПО идентифицируется путем выполнения следующих операций:

- войти в меню «Настройки»/ «Конфигурация системы»
- в открывшемся окне «Конфигурация системы» (рис.2) отобразиться вся необходимая информация о приборе, в том числе – версия ПО.

- спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.2.1, если версия ПО не ниже 1.0.

6.2.2. Версия автономного ПО «OPUS» идентифицируется на дисплее компьютера путем выполнения команд «Справка»/ «О программе».

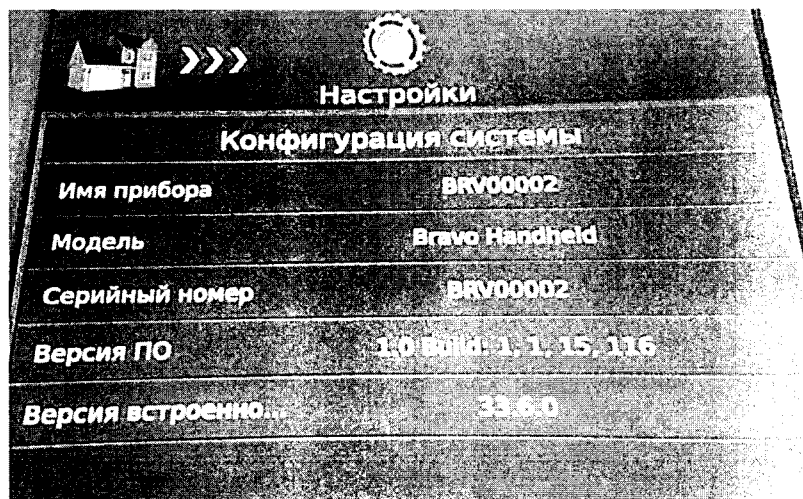


Рис. 2. Окно «Конфигурация системы».

7.7. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.2.2, если версия ПО не ниже

6.3. Опробование

6.3.1. Перед опробованием спектрометра BRAVO необходимо проделать следующие операции:

- включить питание спектрометра BRAVO (подробное описание в руководстве по эксплуатации);

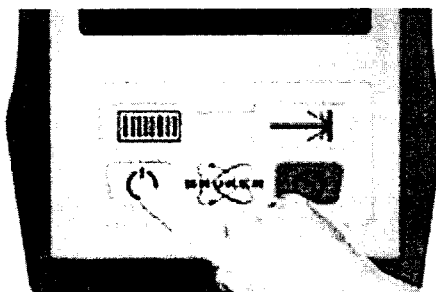


Рис. 3. Кнопка включения питания прибора

- включить лазер спектрометра BRAVO

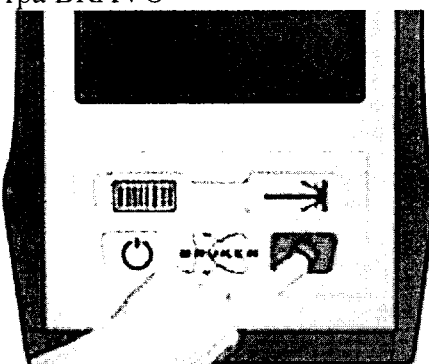


Рис. 4. Кнопка включения лазера

- осуществить прогрев прибора в течение 10 минут;

6.3.2 После того как прибор включен, записывают спектр комбинационного рассеяния света от полистирола, для этого:

- Согласно руководства по эксплуатации прибора провести подключение устройства к персональному компьютеру через док-станцию или по беспроводному каналу связи WiFi.

- Установить на прибор измерительную насадку для виал:

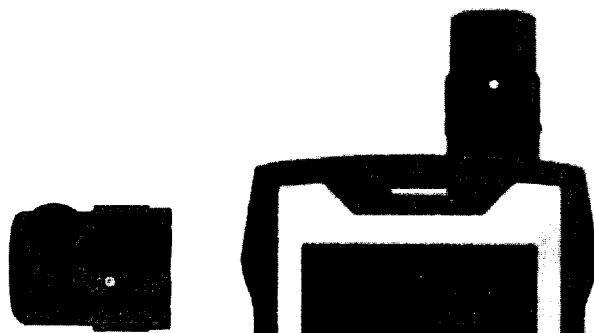


Рис. 5. Измерительная насадка для виал

- Установить образец полистирола в измерительную насадку для виал

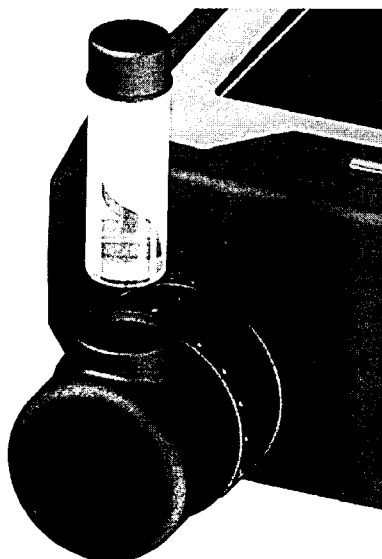


Рис. 6. Образец полистирола. Установка в измерительную насадку.

- Согласно руководства по эксплуатации запустить PQ тест, для этого:
- в ПО OPUS на персональном компьютере войти в меню «Валидация»
- в выпадающем меню выбрать пункт «Запустить OVP-Тесты»

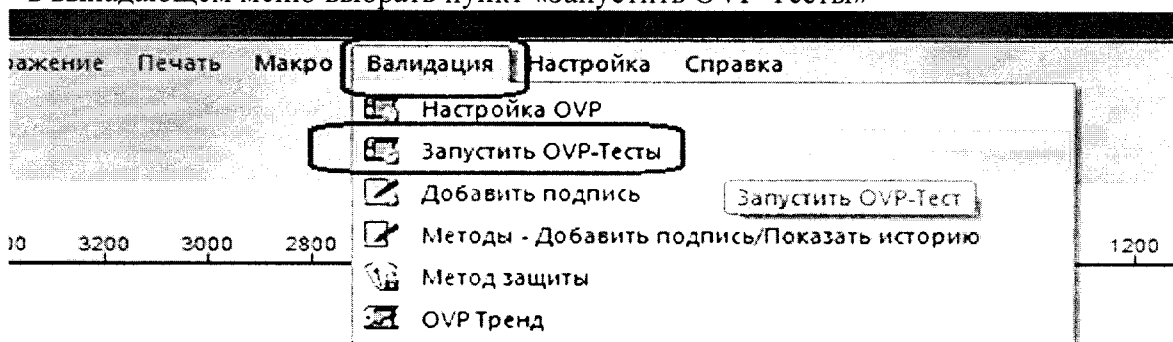


Рис 7. Меню валидация. Запуск OVP-Тестов.

- В открывшемся окне «Тесты OVP-Тесты» выбрать пункты «BRAVO PQ» и «Автоматически показать отчёт».
- Далее необходимо нажать на кнопку «Запустить выбранные тесты». Параметры регистрации спектра образца полистирола: время накопления – 1000 мс, количество повторов –

3, спектральный диапазон 300-3200 см-1.

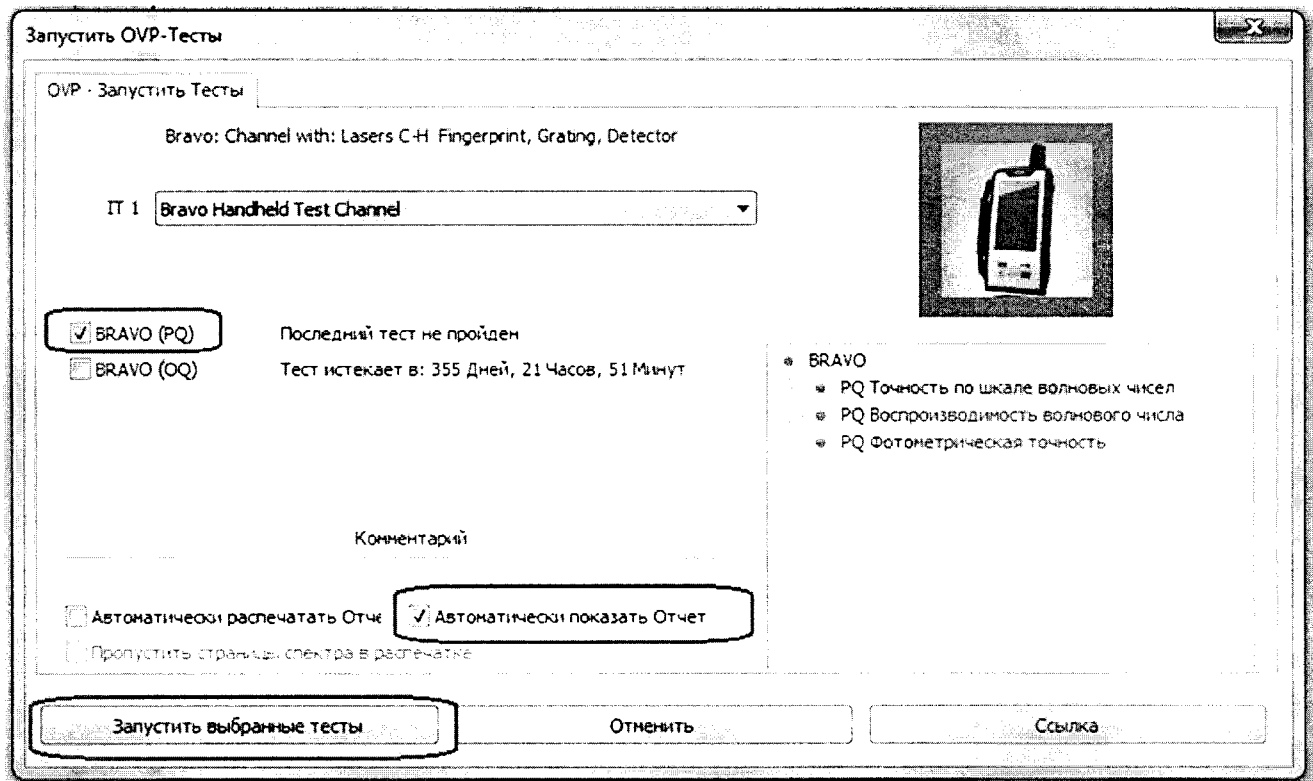


Рис. 8. Выбор и запуск PQ теста.

6.3.3 По окончании тестов на экране отобразиться отчёт PQ теста в формате pdf.


OVP - Bravo PQ Протокол		
Компания:	Bruker Moskau	
Оператор:	Administrator	
Тип прибора:	Bravo Handheld	
Конфигурация оптики:	Channel with: Lasers C-H & Fingerprint, Grating, Detector	
Приставки:	None	
Серийный номер прибора	BRV00002	
Версия Инструмент Firmware:	1.0 Build: 1. 1. 15. 116 / 33.6.0	
Версия OPUS/DB:	OPUS 7.7 Build: 7, 7, 15, 308 / DB: 7.7.15.308	
Результат теста	ПРОЙДЕН	
Тест истекает:	17.02.2018, 13:00:12 (GMT+2)	
Дата/Время Теста:	17.02.2016, 13:00:12 (GMT+2)	
Путь Тестовых Спектров:	C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_7.7.15.308\Validation \Data\20160217\130012	
Дата последнего измерения PQ	17.02.2016 12:51:20	
Комментарий:		

Рис. 9. Титульная часть отчёта PQ теста (пример).

6.3.4. Спектр полистирола необходимо загрузить в ПО OPUS. Оригинальный спектр образца полистирола PQ_Polystyrene_Vial.0В находится в папке, где было установлено ПО OPUS...Validation\Data\число\время.

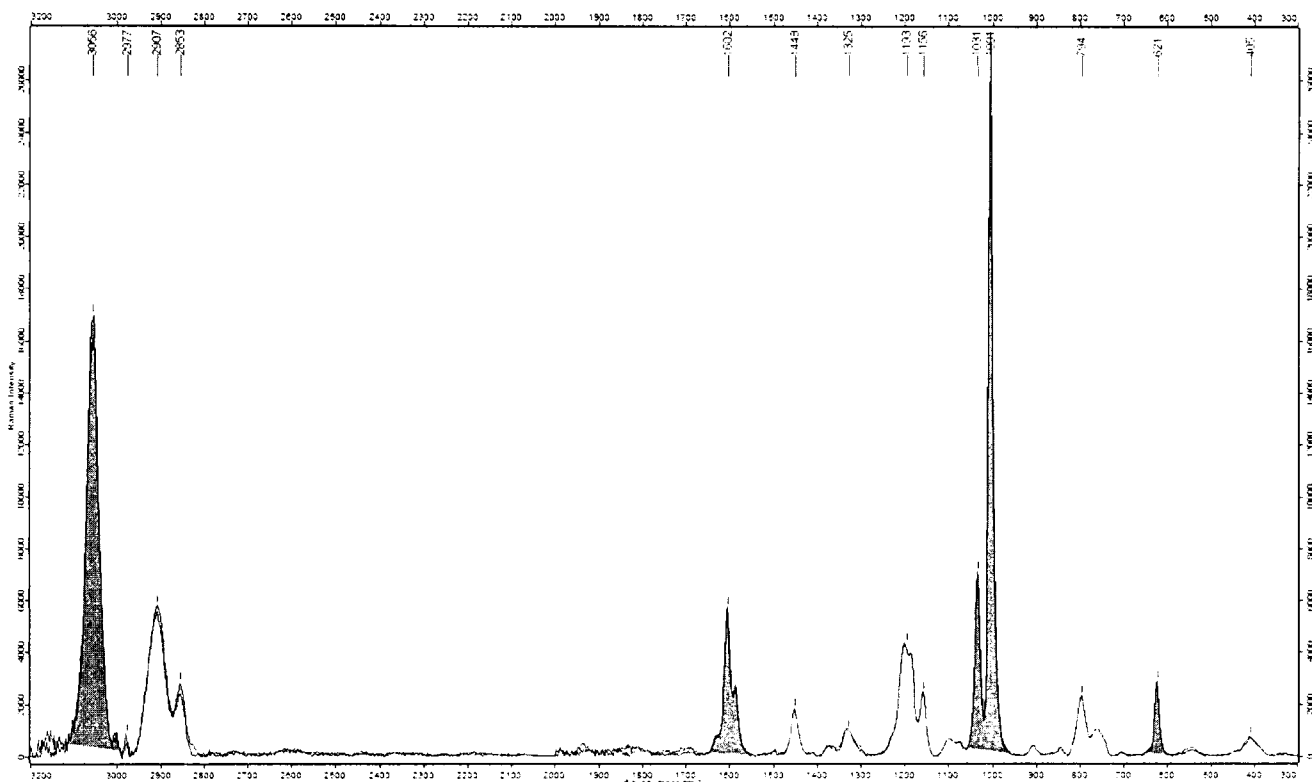


Рис. 10. Спектр комбинационного рассеяния полистирола в диапазоне 300-3200 см⁻¹.

В случае успешного прохождения операций по п.п. 6.3.1 - 6.3.4 прибор считается прошедшим опробование.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

Определение проводится по спектру комбинационного рассеяния света полистирола по линиям:

- 620,9 см⁻¹
- 1001,4 см⁻¹
- 1602,3 см⁻¹
- 2852,4 см⁻¹

6.4.1.1. Для определения абсолютной погрешности шкалы волновых чисел необходимо провести процедуры PQ теста согласно пунктов методики поверки 6.3.2.-6.3.4.

6.4.1.2. После проведения теста на экране отобразиться отчёт PQ.

6.4.1.3. В пункте отчета «Точность по шкале волновых чисел» будут представлены результаты измерений. В столбце «Реф. пик» – указаны истинные (табличные) значения положения полос, в пункте «Измер. Пик» измеренные значения полос полистирола. В столбце «Измер. Откл» разница между истинным и измеренным значением.

6.4.1.4. Прибор считается выдержавшим поверку по п.6.4.1, если абсолютная погрешность шкалы длин волн («Измер.Откл» в отчете PQ) не более $\pm 1,5$ см⁻¹.

Точность по шкале волновых чисел - Polystyrene_Vial			
Реф. Пик (см-1)	Допустимое Откл. (см-1)	Измер. Пик (см-1)	Измер. Откл. (см-1)
620.90	1.00	620.99	0.09
1001.40	1.00	1001.46	0.06
1602.30	1.00	1602.59	0.29
2852.40	1.50	2853.20	0.80

Рис. 11. Пример результата теста PQ, (отклонение положения волновых чисел составляет не более 1,5 см⁻¹).

6.4.2. Определение относительного отклонения интенсивности пиков в спектре полистирола от референтного значения¹ (по площадям пиков; относительно пика 1001,4 см⁻¹).

6.4.2.1. Определение проводится при выполнении теста PQ и выводится в отчете в пункте «Фотометрическая точность».

Фотометрическая точность				
Standard used: Реф. Пик (см-1)	Polystyrene_Vial Реф. Инт.	Допустимое Откл. (%)	Измер. Инт.	Измер. Откл. (%)
1001.40	1.00	0.00	1.00	0.00
620.90	0.09	10.00	0.08	5.28
1602.30	0.31	10.00	0.30	2.94
3054.30	1.25	10.00	1.36	9.05

Рис. 12. Пример результата теста PQ, фотометрическая точность.

6.4.2.2. Спектрометр считается выдержавшим проверку по п. 6.4.2, если измеренное отклонение не превышает 10 % от референтного значения.

6.4.3. Определение чувствительности (высоты пика полистирола 1001,4 см⁻¹) в условных единицах.

6.4.3.1. Для определения чувствительности проводятся процедуры PQ теста согласно пунктам методики поверки 6.3.2-6.3.4.

6.4.3.2. Спектр полистирола необходимо загрузить в ПО OPUS. Оригинальный спектр образца полистирола PQ_Polystyrene_Vial.0В находится в папке, где было установлено ПО OPUS...Validation\Data\число\время.

6.4.3.3. В спектре, отображаемом в ПО OPUS, измеряется интенсивность линии 1001,4 см⁻¹ (см. рисунок 10).

6.4.3.4. Прибор считается выдержавшим проверку если измеренное значение интенсивности не менее 5000 у.е.

¹ Значение полученное при выпуске прибора из производства.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

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

7.3 В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности спектрометра Bravo с указанием причин непригодности.

Протокол № _____
Первичной/периодической поверки
от « _____ » _____ 20__ года.

Спектрометр комбинационного рассеяния (рамановский спектрометр) BRAVO

Зав.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по методике поверки

Средства поверки _____

Условия поверки

Температура окружающего воздуха, °С

Относительная влажность окружающего воздуха

Атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

Результаты поверки:

Наименование параметра	Пункт МП	Пределы допускаемого значения	Измеренное значение	Рассчитанное значение погрешности	Вывод
Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел по линиям: - 620,9 см ⁻¹ - 1001,4 см ⁻¹ - 1602,3 см ⁻¹ - 2852,4 см ⁻¹	6.4.1	Не более 1,5 см ⁻¹			

<p>Относительное отклонение интенсивности пиков в спектре полистирола от референтного значения¹ (по площадям пиков; относительно пика 1001,4 см⁻¹) по линиям:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 620,9 см⁻¹ - 1602,3 см⁻¹ - 3054,3 см⁻¹ 	6.4.2.	Не более 10%			
<p>Чувствительность (высота пика полистирола 1001,4 см⁻¹), у.е. не менее</p>	6.4.3.	Не менее 5000 у.е.			

Заключение: _____

Дата « ____ » _____ 20__ г.

Поверитель: _____ / _____ /

¹ Значение полученное при выпуске прибора из производства.