

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИ-
ЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
Е.П. Соби́на
"15" апреля 2021 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры комбинационного рассеяния света

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 04-251-2021

Екатеринбург
2021 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251, к.т.н., Мигаль П.В.
3. СОГЛАСОВАНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------|---|
| 1 Общие положения | 4 |
| 2 Нормативные ссылки | 4 |
| 3 Перечень операций поверки | 4 |
| 4 Требования к условиям проведения поверки | 5 |
| 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку | 5 |
| 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки | 5 |
| 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки | 5 |
| 8 Внешний осмотр средства измерений | 6 |
| 9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки | 6 |
| 10 Проверка программного обеспечения средства измерений | 6 |
| 11 Определение метрологических характеристик средства измерений | 7 |
| 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | 8 |
| 13 Оформление результатов поверки | 9 |

Дата введения в действие «15» апреля 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры комбинационного рассеяния света моделей NanoRam (BWS456-785), NanoRam-1064 (BWS456-1064), TacticID-GP Plus (BWS496PS-785GP), TacticID-1064 (BWS492-1064), TacticID Mobile (BWS493TSII) (далее – спектрометры), изготавливаемые B&W Tek LLC, США, и устанавливает методы первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра к ГЭТ 47-79 «Государственному первичному специальному эталону единицы длины для спектроскопии» (Постановление Госстандарта СССР №38 от 22.11.73 г.) согласно государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденной Приказом Росстандарта № 2840 от 29.12.2018 г.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Минтруда России от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;
- ГСССД 354-2019 «Таблицы стандартных справочных данных. Максимумы пиков рамановского спектра ацетаминофенола, 1,4-бис(2-метилстирил)бензола, бензонитрила, нафталина, полистирола, серы, смеси толуола и ацетонитрила и циклогексана».

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Проведение операции при | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| | | первичной поверке | периодической поверке |
| 1 Внешний осмотр | 8 | да | да |
| 2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 9 | да | да |
| 3 Проверка программного обеспечения | 10 | да | да |
| 4 Определение метрологических характеристик средства измерений с помощью меры волнового числа | 11.1 | да | да ¹ |
| 5 Определение метрологических характеристик средства измерений с помощью циклогексана | 11.2 | да | да |

¹ – допускается проводить периодическую поверку только по п. 11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, спектрометр бракуется и выполняются операции по п. 13.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С: 20±5
- относительная влажность, %: от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2:

Таблица 2 – Средства поверки

| Наименование | Метрологические и технические требования |
|--------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Мера волнового числа МВЧ-001, рег. № 67321-17 | Рабочий эталон единицы длины волны 2 разряда 1 части в диапазоне значений от 3200 до 18600 нм (от 3100 до 537 см ⁻¹) согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 29 декабря 2018 г., № 2840; номинальные значения воспроизведения длины волны/волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания и их допускаемые отклонения, см ⁻¹ : 3082±10; 3060±10; 2849±10; 1943±10; 1802±10; 1601±10; 1372±10; 1154±10; 1028±10; 841±10; 540±10. |
| ГСО 8581-2004 Стандартный образец плотности жидкости (РЭП-3) | Интервал допускаемых аттестованных значений плотности от 772,2 до 787,2 кг/м ³ при температуре (20,00±0,01) °С, допускаемые значения расширенной неопределенности при (k=2) 0,05 кг/м ³ |
| Термогигрометр | Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4 |

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений - поверены. Стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы длины волны поверяемому спектрометру.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки

9.1 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках. При наличии сообщений об ошибках необходимо их устранить в соответствии с процедурами, описанными в руководстве по эксплуатации.

9.2 Условия окружающей среды при проведении настройки спектрометра должны соответствовать указанным в таблице 2 настоящей методики поверки.

9.3 В соответствии с руководством по эксплуатации установить необходимые предварительные настройки спектрометра.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование и номер версии встроенного ПО отображаются на экране спектрометра при включении. Номер версии и наименование автономного ПО отображаются в командной строке как показано на рисунке 1.

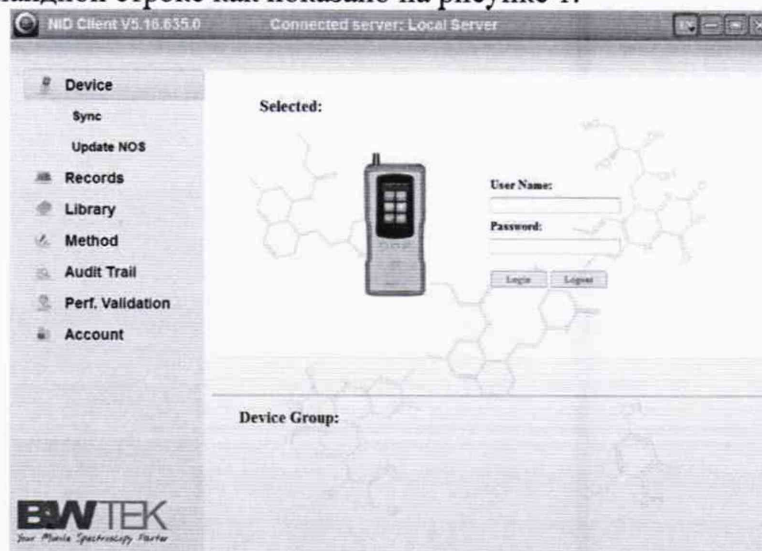


Рисунок 1 – Номер версии и наименование автономного ПО

10.2 Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки) | Значение для модели | | | | |
|--------------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|------------------------------------|-------------------------------|
| | | NanoRam (BWS456-785) | NanoRam-1064 (BWS456-1064) | TacticID-GP Plus (BWS496P S-785GP) | TacticID -1064 (BWS49 2-1064) |
| Идентификационное наименование авто- | NID | NID EX | TID Plus | TID EX | TID 21 |

| Идентификационные данные (признаки) | Значение для модели | | | | |
|-------------------------------------------------------|-----------------------|----------------------------|------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | NanoRam (BWS456-785) | NanoRam-1064 (BWS456-1064) | TacticID-GP Plus (BWS496P S-785GP) | TacticID -1064 (BWS49 2-1064) | TacticID Mobile (BWS49 3TSII) |
| номного ПО | | | | | |
| Номер версии (идентификационный номер) автономного ПО | не ниже V5.16.0.0.0 | не ниже V1.02.0.0.0 | не ниже V1.02.0.0.0 | не ниже V1.02.0.0.0 | не ниже V1.02.0.0.0 |
| Идентификационное наименование встроенного ПО | NOS | NOS-1064 | TOS Plus | TOS-1064 | TOS |
| Номер версии (идентификационный номер) встроенного ПО | не ниже V5.16.0.0.0.0 | не ниже V1.02.0.0.0.0.0 | не ниже V2.01.0.0.0.0.0 | не ниже V2.01.0.0.0.0.0 | не ниже V2.01.0.0.0.0.0 |

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение метрологических характеристик средства измерений с помощью меры волнового числа

11.1.1 Меру волнового числа расположить на измерительном адаптере «Point-and-Shoot», находящемся на боковой панели спектрометра. Нажать кнопку «Laser».

11.1.2 Получить не менее трех спектров комбинационного рассеяния меры волнового числа.

11.1.3 Определить максимумы пиков линий рамановского спектра меры волнового числа (полистирола). Характерный вид рамановского спектра полистирола представлен на рисунке 2.

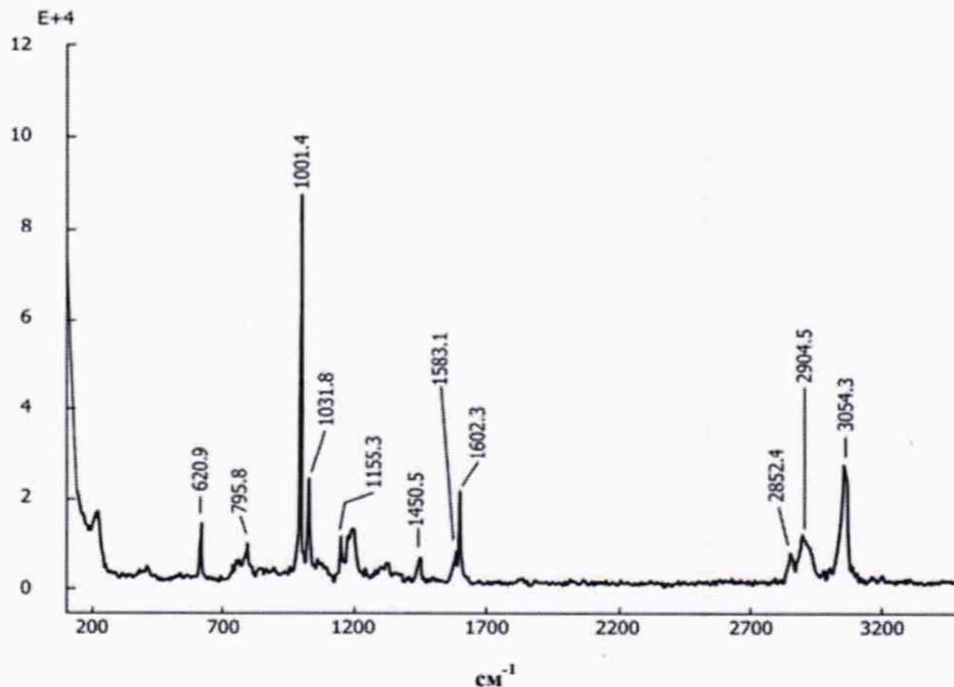


Рисунок 2 – Характерный вид рамановского спектра полистирола согласно ГСССД 354-2019

11.2 Определение метрологических характеристик средства измерений с помощью циклогексана

11.2.1 ГСО 8581-2004, который представляет собой циклогексан, поместить в специальную виалу, входящую в комплект поставки спектрометра. Нажать кнопку «Laser».

- 11.2.2 Получить не менее трех спектров комбинационного рассеяния циклогексана.
 11.2.3 Определить максимумы пиков линий рамановского спектра циклогексана. Характерный вид рамановского спектра циклогексана представлен на рисунке 3.

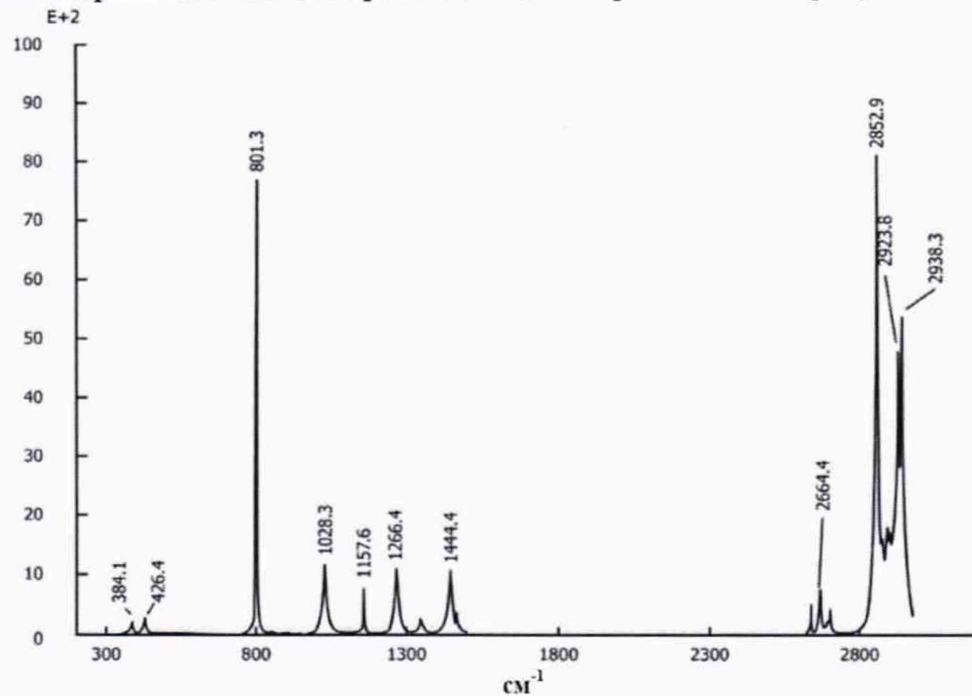


Рисунок 3 – Характерный вид рамановского спектра циклогексана согласно ГСССД 354-2019

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по пп. 11.1-11.2 настоящей методики поверки рассчитать абсолютную погрешность спектрометра для каждого j -го волнового числа по формуле

$$\Delta j = \nu_{ij} - \nu_{0j}, \quad (1)$$

где ν_i - i -й результат измерений j -го волнового числа, соответствующий максимуму спектральной линии, полученный на спектрометре, см^{-1} ;

ν_{0j} - действительное значение j -го волнового числа, см^{-1} .

12.2 В качестве действительных значений волнового числа полистирола используют справочные данные по ГСССД 354 и данные из свидетельства о поверке МВЧ-001 согласно таблице 4.

Таблица 4 – Действительные значения волнового числа полистирола, используемые при поверке

| Номинальное значение волнового числа, см^{-1} | Действительное значение по ГСССД 354, см^{-1} | Действительное значение МВЧ-001, см^{-1} |
|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| 621 | 620,9 | - |
| 1028 | - | Свидетельство о поверке |
| 1154 | - | Свидетельство о поверке |
| 1602 | 1602,3 | - |

12.3 В качестве действительных значений волнового числа циклогексана используют справочные данные по ГСССД 354 согласно таблице 5.

Таблица 5 - Действительные значения волнового числа циклогексана используемые при поверке

| Действительное значение по ГСССД 354, см ⁻¹ | Допускаемое стандартное отклонение, см ⁻¹ |
|--------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| 384,1 | ±0,78 |
| 426,3 | ±0,41 |
| 801,3 | ±0,96 |
| 1028,3 | ±0,45 |
| 1157,6 | ±0,94 |
| 1266,4 | ±0,58 |
| 1444,4 | ±0,30 |
| 2664,4 | ±0,42 |
| 2852,9 | ±0,32 |
| 2923,8 | ±0,36 |
| 2938,3 | ±0,51 |

12.4 Полученные значения абсолютной погрешности и диапазон измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 6.

Таблица 6 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение для модели | | | | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|----------------------------|-----------------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| | NanoRam (BWS456-785) | NanoRam-1064 (BWS456-1064) | TacticID-GP Plus (BWS496PS-785GP) | TacticID-1064 (BWS492-1064) | TacticID Mobile (BWS493TSII) |
| Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹ | от 176 до 2900 | от 176 до 2500 | от 176 до 2900 | от 176 до 2500 | от 176 до 2500 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹ | ±8 | ±8 | ±8 | ±8 | ±8 |

13 Оформление результатов поверки

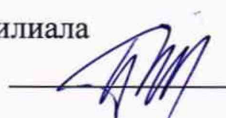
13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Нанесение знака поверки на средство измерений не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Разработчик:

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



П.В. Мигаль