

СОГЛАСОВАНО



Директор
ФГБУ «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов

« 3 » 06 2023 г.

«ГСИ. Экспресс-анализаторы рамановские портативные

ИнСпектр РаПорт М.

Методика поверки»

МП 024.Д4-23

Главный метролог

ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« 23 » 06 2023 г.

Москва
2023 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Экспресс-анализаторы рамановские портативные ИнСпектр РаПорт М (далее – анализаторы), предназначенные для измерений содержания органических и неорганических веществ в твердых и жидких образцах различных веществ и материалов по спектрам комбинационного рассеяния и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

Анализаторы выпускаются в трех модификациях, отличающихся длинами волн лазера и дифракционными решетками:

РаПорт М 532 - анализатор для измерения рамановских спектров с длиной волны лазера 532 нм, фокусным расстоянием 50 мм и дифракционной решеткой 1800 штрихов/мм,

РаПорт М 785 - анализатор для измерения рамановских спектров с длиной волны лазера 785 нм, фокусным расстоянием 50 мм и дифракционной решеткой 1200/1800 штрихов/мм,

РаПорт М 1064 - анализатор для измерения рамановских спектров с длиной волны лазера 1064 нм, фокусным расстоянием 50 мм и дифракционной решеткой 300/600 штрихов/мм.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единицы длины – метра ГЭТ 2-2021 посредством стандартных справочных данных 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», утвержденных Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (далее - Росстандарта) № 1707 от 23.07.2019 «Об утверждении стандартных справочных данных значений физических констант и показателей свойств веществ и материалов» и стандартного образца плотности жидкости (РЭП-3) ГСО 8581-2004.

Поверка анализаторов выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики анализаторов указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см ⁻¹	от 380 до 1800
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений волновых чисел, %	± 2,0

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 поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений			10
Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение относительной погрешности измерений волновых чисел	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

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

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура воздуха, °С от 18 до 24;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60;
- атмосферное давление, мм рт.ст. от 720 до 790.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на анализатор.

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

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки, требующая применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,2 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 720 до 790 мм.рт.ст. с абсолютной погрешностью не более 1 мм.рт.ст.	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец утвержденного типа, представляющий собой вещество (далее – стандартный образец), 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», утвержденные Приказом Росстандарта № 1707 от 23.07.2019. Положение максимумов пиков линий рамановского спектра в диапазоне от 380 до 1800 см ⁻¹ . Допустимое стандартное отклонение не более 1,5 см ⁻¹	ГСО 8581-2004 Стандартный образец плотности жидкости (РЭП-3) циклогексан ¹⁾ по ГОСТ 14198-78
Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице		
¹⁾ значения положения максимумов пиков линий рамановского спектра циклогексана и значения допустимого стандартного отклонения по ГСССД 354-2019 приведены в таблице 5 настоящей методики поверки.		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 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.

6.2 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.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации (далее - РЭ) на анализаторы.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида анализатора проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный анализатор и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр анализатора на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера анализатора.

7.3 Проверить комплектность анализатора (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям описания типа на данный анализатор.

7.4 Анализатор считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид анализатора соответствует фотографическим изображениям из описания типа на данный анализатор;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа на данный анализатор;
- маркировка анализатора содержит сведения о производителе, типе и серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый анализатор к работе согласно его РЭ.

8.2 Опробование анализатора включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим.

8.2.1 Проверка выхода на рабочий режим анализатора проводится путём включения анализатора в соответствии с указаниями, приведёнными в руководстве по эксплуатации и запуску программного обеспечения «EnSpectr Про» (далее - ПО). На рабочем столе персонального компьютера с установленным ПО имеются ярлыки, запускающие ПО в зависимости от модификации анализатора:

EnSpectr Про – для модификаций анализатора РаПорт М 532, РаПорт М 785;

EnSpectr Про ИК – для модификации анализатора РаПорт М 1064.

ПО открывается по умолчанию на вкладке «Измерение» и внутренней вкладке «Спектр» (рисунок 1). При этом загружаются настройки для измерения спектра.

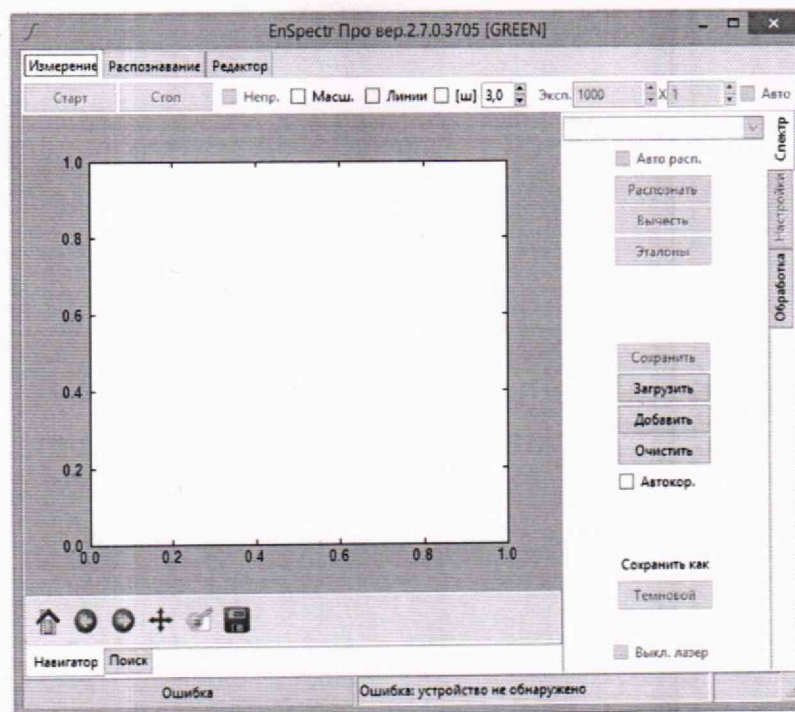


Рисунок 1 – Визуализация стартового окна ПО

8.2.2 При работе с модификацией анализатора РаПорт М 1064 дополнительно должно быть включено охлаждение ПЗС-линейки. В этом случае программа запускается с помощью ярлыка «EnSpectr Про ИК» и в правом верхнем углу вкладки «Измерение» имеется кнопка «Охладитель». Если сразу после включения она не активна, нужно ее активировать, поставив в ней галочку с помощью левой клавиши мыши. В правом нижнем углу ПО будет отображена температура ПЗС-линейки, которая не должна превышать +5 °С (рисунок 2).

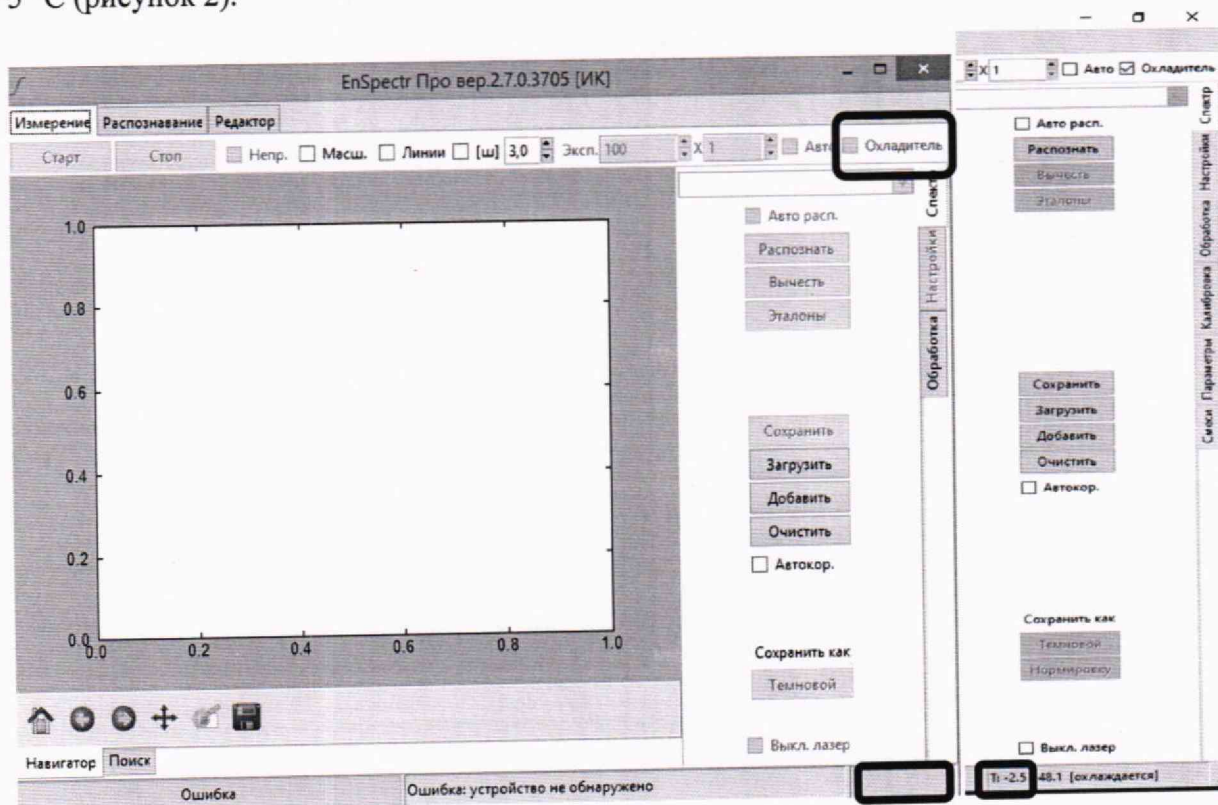


Рисунок 2 – Визуализация стартового окна ПО для модификации анализатора РаПорт М 1064

8.2.3 Для прогрева прибора установить на вкладке «Измерение» галочку в окошке «Непр.» (выбрать 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 от 2 до 10 минут следует остановить измерение кнопкой «Стоп».

8.2.4 Вставить в насадку №1 виалу с циклогексаном, входящую в комплект поставки (рисунок 3).

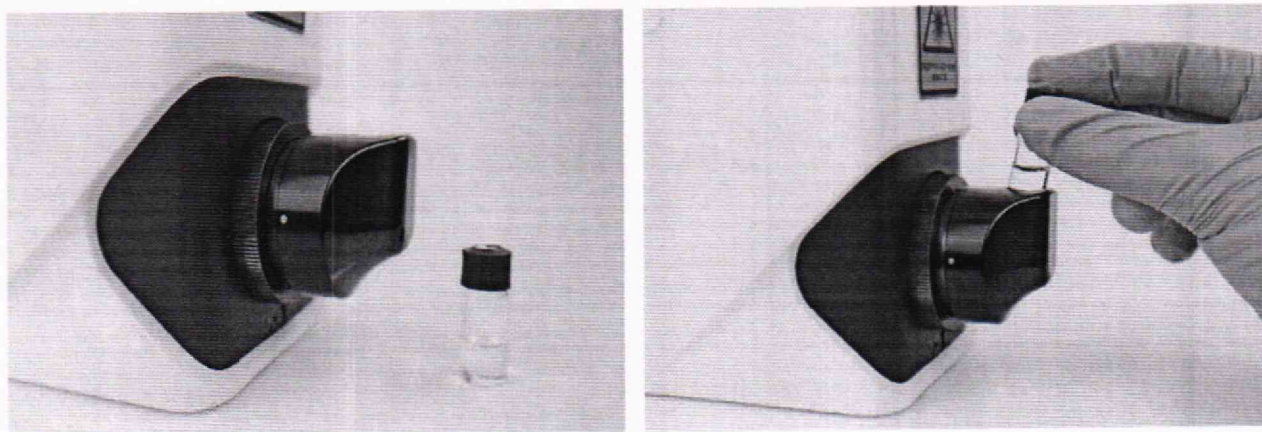



Рисунок 3

8.2.5 Для модификаций анализаторов РаПорт М 532, РаПорт М 785 установить «галочки» в окнах автоматического выбора режима измерения и распознавания спектра «Авто» и «Авто расп.» (рисунок 1).

8.2.6 Для модификации прибора РаПорт М 1064 автоматический выбор режима измерения и распознавания спектра «Авто» и «Авто расп.» не используется.

8.2.7 Запустить измерение спектра нажатием на кнопку «Старт». В момент срабатывания лазера в окне измерения появится значок включения лазера . В режиме автораспознавания после окончания записи спектра на экран выносятся название вещества, его химическая и структурная формула (рисунок 4). Перед названием вещества указывается «коэффициент подобия» (далее - коррелятор) экспериментального спектра спектру сравнения циклогексана, заложенному в базе анализатора.

Для вывода на экран данной информации для модификации анализатора РаПорт М 1064 в окне ПО «Измерений» во вкладке «Спектр» нажать кнопку «Распознать».

8.2.8 Для модификации прибора РаПорт М 1064 проверяется интенсивность линии циклогексана $801,3 \text{ см}^{-1}$, которая должна быть в диапазоне от 5000 до 10000 отсчетов за кадр.

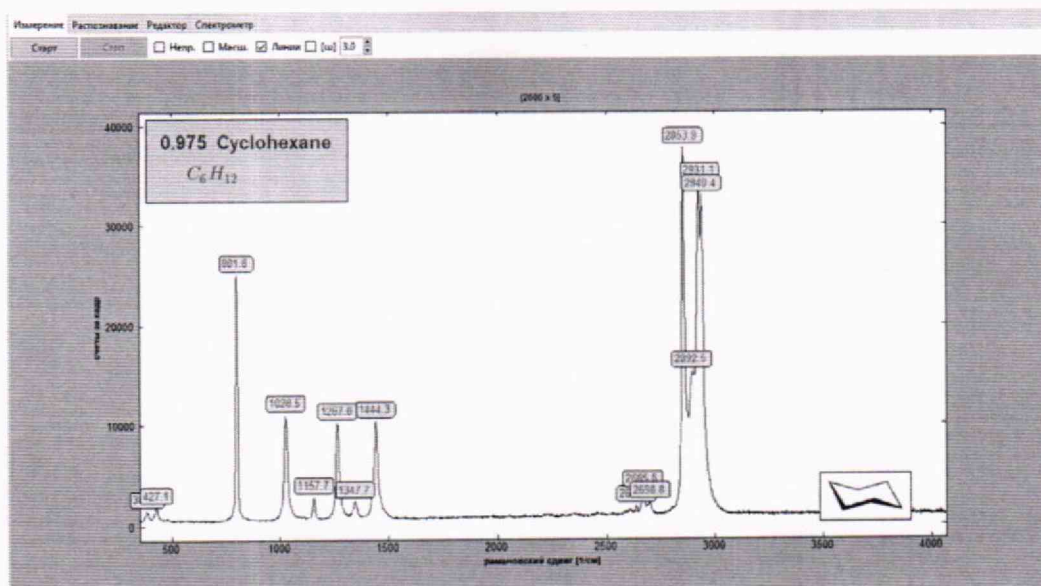


Рисунок 4

8.3 Анализатор считают прошедшим операцию поверки, если:

- анализатор вышел на рабочий режим в полном соответствии с руководством по эксплуатации
- значение коррелятора при измерении виалы с циклогексаном, входящей в комплект поставки, составляет более 0,8;
- для модификации анализатора РаПорт М 1064 интенсивность линии циклогексана $801,3 \text{ см}^{-1}$ находится в диапазоне от 5000 до 10000 отсчетов за кадр.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Анализатор имеет ПО, установленное на персональном компьютере (далее – ПК). Наименование и версия ПО располагаются в верхней строке окна ПО анализатора.

9.2 Анализатор считают прошедшим операцию поверки, если версия ПО соответствует значениям, приведенным в таблице 4 настоящей методики поверки.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	EnSpectr Про
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.7.0.3705
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение относительной погрешности измерений волновых чисел

10.1.1 Перед проведением измерений анализатор должен быть настроен в соответствии с руководством по эксплуатации.

10.1.2 Разместить стандартный образец в соответствующей насадке анализатора¹. Для измерения стандартного образца, представляющего собой циклогексан, необходимо

¹ В зависимости от вида образца (жидкость, порошок, твердые малогабаритные образцы, твердые габаритные образцы) необходимо использовать соответствующие насадки из комплекта поставки анализаторов в соответствии с рекомендациями РЭ.

использовать стандартные ампулы (виалы), которые вставляются в насадку № 1 до упора. Уровень стандартного образца в виале должен быть на высоте не менее 10 мм от дна виалы.

10.1.3 На вкладке «Измерение» – «Спектр» установить галочку в окошке «Авто» (кроме модификации анализатора РаПорт М 1064). Запустить измерение кнопкой «Старт». Прибор сначала измеряет темновой спектр при выключенном лазере, затем – рамановский спектр при включенном лазере. Рамановский спектр выводится на экран ПК.

10.1.4 Для показа на экране положений максимумов рамановских линий поставить галочку в окошке «Линии» (рисунок 5).

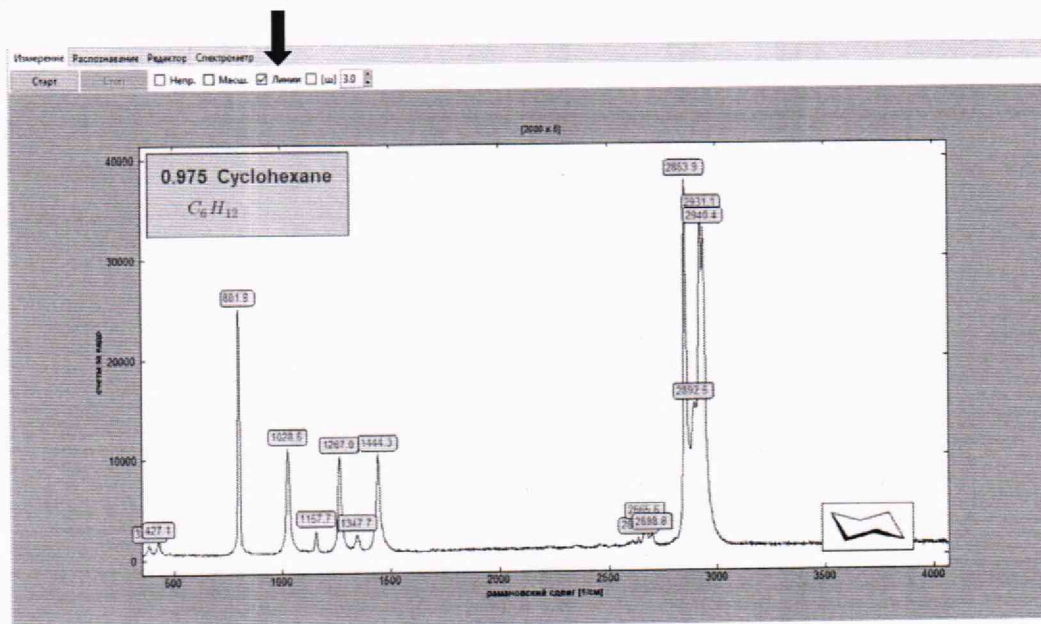


Рисунок 5

10.1.5 Определить значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра циклогексана, находящихся в спектральном диапазоне измерений анализатора, в соответствии с таблицей 5.

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

№	Значение	
	Положение максимумов пиков линий рамановского спектра образца циклогексана, см ⁻¹	Допустимое стандартное отклонение, см ⁻¹
1	384,1	± 0,78
2	426,3	± 0,41
3	801,3	± 0,96
4	1028,3	± 0,45
5	1157,6	± 0,94
6	1266,4	± 0,58
7	1444,4	± 0,30

10.1.6 Записать измеренные значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра циклогексана или сохранить измеренный спектр в виде текстового файла с расширением «.esp» нажав на кнопку «Сохранить» на вкладке

«Измерение» – «Спектр». После нажатия на эту кнопку открывается окно выбора папки, в которую будет сохранен спектр на ПК, и окно для введения названия спектра.

В дальнейшем двойной щелчок левой клавиши мыши по названию сохраненного файла приведет к открытию ПО и загрузке сохраненного спектра в окно демонстрации спектров.

10.1.7 Повторить действия, описанные в п. 10.1.3 – 10.1.6 ещё 4 раза.

10.2 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитать среднее арифметическое значение каждого волнового числа $\bar{\nu}_i$, см^{-1} , по формуле:

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

где ν_i^j – значение волнового числа, см^{-1} , соответствующее положению максимума i -го пика рамановского спектра при j -м измерении;

n – число измерений, равное 5.

11.2 Рассчитать значение относительной погрешности $\Delta_i^{\text{отн}}$ каждой серии измерений волновых чисел по формуле

$$\Delta_i^{\text{отн}} = \frac{\bar{\nu}_i - \nu_i^o}{\nu_i^o} \cdot 100\% \quad ((2))$$

где ν_i^o – значение положения максимумов пиков линий рамановского спектра для циклогексана, указанное в таблице 5, см^{-1} .

11.3 Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если спектральный диапазон измерений волновых чисел составляет от 380 до 1800 см^{-1} , а значение наибольшей из рассчитанной по п. 11.2 относительной погрешности измерений волновых чисел в этом диапазоне не превышает $\pm 2\%$.

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 Анализаторы считаются прошедшими поверку с положительным результатом и допускаются к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае анализаторы считаются прошедшими поверку с отрицательным результатом и не допускаются к применению.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено.

12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительный, так и отрицательный) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

А.В. Иванов

Начальник сектора отдела Д-4

Н.Ю. Грязских

Ведущий инженер отдела Д-4

Е.П. Полунина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

к Методике поверки № МП 024.Д4-23

«ГСИ. Экспресс-анализаторы рамановские портативные ИнСпектр РаПорт М»

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКИ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ

Экспресс-анализатор рамановский портативный ИнСпектр РаПорт М
модификация _____

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

Заводской номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые эталоны:

Применяемая методика поверки: МП 024.Д4-23 «ГСИ. Экспресс-анализаторы
рамановские портативные ИнСпектр РаПорт М.
Методика поверки», согласованная
ФГБУ «ВНИИОФИ» « ____ » _____ 2023 г.

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:

Полученные результаты проверки метрологических характеристик:

Таблица А.1 – Таблица измерений

	Измеренное значение волновых чисел, см ⁻¹									
1										
2										
3										
4										
5										
$\bar{\nu}_i, \text{см}^{-1}$										
$\nu_i^o, \text{см}^{-1}$										
$\Delta_i^{\text{отн}}, \%$										

Таблица А.2 – Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см ⁻¹	от 380 до 1800		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений волновых чисел, %	± 2,0		

5 Заключение по результатам поверки:

Начальник отдела:

Дата поверки:

Подпись

Фамилия И.О.

Поверитель:

Подпись

Фамилия И.О.