

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени
Д. И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры комбинационного рассеяния
моделей
DXR2SmartRaman, DXR2Raman Microscope, DXR2xi Raman Imaging Microscope и iXR Raman

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2147-2017

Зам. руководителя отдела государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


_____ А.В.Колобова

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


_____ М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2017

Настоящая методика распространяется на спектрометры комбинационного рассеяния моделей DXR2SmartRaman, DXR2Raman Microscope, DXR2xi Raman Imaging Microscope и iXR Raman 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

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.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2	да	да
3.	Опробование	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4.1 6.4.2	да	да

2. Средства поверки

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование средства поверки	Наименование документа на средство поверки
Образец полистирола общего назначения марки ПСМ-111, в гранулах	ГОСТ 20282-86
Стандартный образец состава толуола	ГСО 7814-2000*
Барометр-анероид М-110	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
Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	Диапазон измерений не уже чем от 630 до 790 (84- 105 кПа) мм.рт. столба, (от 84 до 105 кПа) абсл. погрешность $\pm 2,5$ мм.рт. столба
*Примечание: Номинальные значения положения максимумов линий в спектре комбинационного рассеяния (КР) толуола: 521,7; 786,5; 1003,6; 1211,4; 1605,1 см ⁻¹ .	

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

3. Условия поверки.

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

4.1. 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 должно быть устойчивым и свободным от скачков.

Установка и подготовка спектрометров к поверке, включение соединительных устройств, заземление, 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 эксплуатацииверяемого спектрометра и методику его поверки; при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (в части работы с программой и съема данных).

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр. При проведении внешнего осмотра проверяют:

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

6.2. Опробование.

6.2.1. Опробование прибора (самотестирование) осуществляется автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестов на экране компьютера появляется главное окно программы управления прибором. В противном случае на экран выводится сообщение об ошибке.

В случае успешного прохождения тестов осуществить прогрев прибора в течение 60 минут.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде Help (Справка). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке About (О программе...), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копии экрана с окном приведены на рисунках 1 и 2.

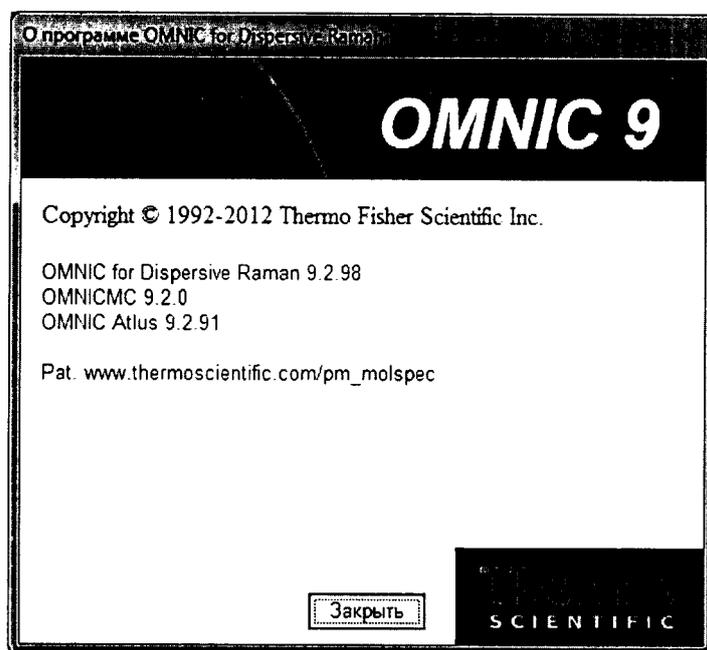


Рисунок 1 - Копия экрана с идентификационными данными ПО OMNIC 9 (для приборов DXR2 Raman Microscope, DXR2 SmartRaman и iXR)

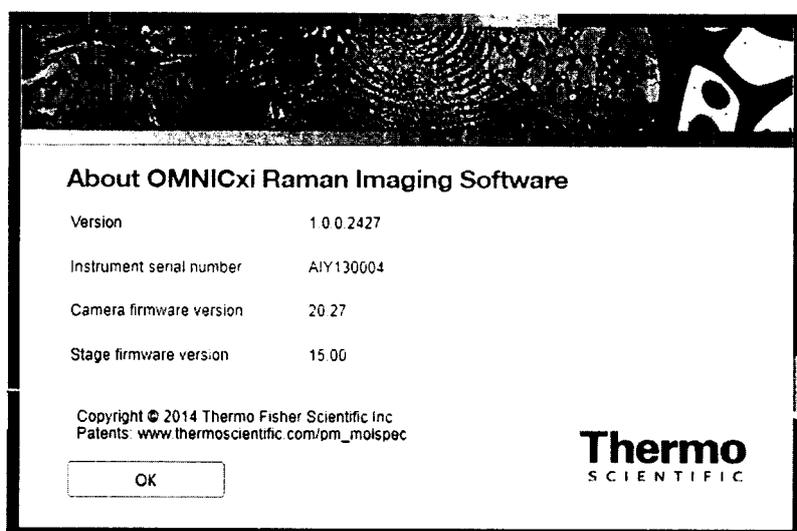


Рисунок 2 - Копия экрана с идентификационными данными ПО OMNICxi (для прибора DXR2xi Raman Imaging Microscope)

6.3.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО OMNIC не ниже 9.0, а номер версии ПО OMNICxi не ниже 1.0.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение отношения сигнал/шум

6.4.1.1 Зарегистрировать спектр комбинационного рассеяния (КР) полистирола 3 раза при следующих условиях:

- решетка низкого разрешения;
- для приборов DXR2 Raman Microscope, DXR2 SmartRaman и iXR Raman время экспозиции 5 с, число экспозиций 3;
- для прибора DXR2xi Raman Imaging Microscope время экспозиции 0,02 с, число экспозиций 50.

6.4.1.2 Командой меню «Вид-Пределы...» выбрать диапазон 2200-2100 см⁻¹. Командой «Анализ-Шум» определить среднеквадратичное значение шума (RMS) в выбранном диапазоне для каждого спектра.

6.4.1.3 Определить высоту пика в области 1001,4 см⁻¹ путем наведения курсора на максимум пика для каждого спектра или использовать пункт меню «Анализ – Поиск пиков».

6.4.1.4 Вычислить отношение с/ш как отношение высоты пика к значению RMS шума для каждого спектра.

6.4.1.5 Прибор считается прошедшим поверку по п.6.4.1, если минимальная величина из ряда определенных значений сигнал/шум не менее указанного в таблице 3.

Таблица 3 – Отношение сигнал/шум

Модель спектрометра	Длина волны лазера		
	532 нм, 455 нм	633 нм	780 нм
DXR2 SmartRaman с горизонтальным расположением образца	600:1	400:1	150:1
DXR2 SmartRaman с приставкой 180°; iXR Raman	1000:1	500:1	225:1
DXR2 Raman Microscope	1500:1	450:1	400:1
DXR2xi Raman Imaging Microscope	100:1	30:1	25:1

6.4.2 Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.2.1 Зарегистрировать 10 спектров КР полистирола без переустановки образца при следующих условиях: время экспозиции 5 с, число экспозиций 3.

6.4.2.2 Путем наведения курсора на максимум пика КР, лежащий в области 1001,4 см⁻¹ или использования пункта меню «Анализ – Поиск пиков» определить значение интенсивности в максимуме для каждого полученного спектра.

6.4.2.3. Рассчитать относительное СКО выходного сигнала (выраженное в %) по формуле:

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

6.4.2.4. Спектрометр считается прошедшим поверку по п.6.3.2, если относительное СКО выходного сигнала не более 4,0 %.

6.4.3. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

6.4.3.1 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел проводится с решеткой низкого разрешения.

6.4.3.2 Зарегистрировать спектр комбинационного рассеяния (КР) толуола при следующих условиях:

- для приборов DXR2 Raman Microscope, DXR2 SmartRaman и iXR Raman время экспозиции 5 с, число экспозиций 3;
- для прибора DXR2xi Raman Imaging Microscope время экспозиции 0,02 с, число экспозиций 50.

6.4.3.3 Для каждого спектра найти разность между измеренными и действительными значениями волновых чисел максимумов линий КР по формуле:

$$\Delta k_j = k_j - k_{ja}$$

где: k_j - измеренное значение волнового числа максимума j -ой линии КР;
 k_{ja} - действительное значение волнового числа максимума j -ой линии КР, указанное в таблице 1 настоящей методики поверки.

За абсолютную погрешность шкалы волновых чисел принимают максимальное значение из вычисленных в п. 6.4.3.3 настоящей методики:

$$\Delta k = \Delta k_j \text{ MAX}$$

6.4.3.4 Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.4.3, если определенное значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает $\pm 2,0 \text{ см}^{-1}$.

7. Оформление результатов поверки.

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

7.3. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.