



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:20__

Метрологія

Методика повірки

РАМАН-СПЕКТРОМЕТРИ

(Проект, перша редакція)

Київ

20__

прДСТУ ____: 20__

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ»

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ»
від _____ 201_ р. № _____ з 201__-__-__

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

_____, 20__

ЗМІСТ

	С.
Вступ	
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	2
3 Операції повірки.....	3
4 Засоби повірки.....	3
5 Вимоги до кваліфікації персоналу.....	5
6 Умови проведення повірки.....	5
7 Вимоги щодо безпеки.....	6
8 Підготовка до проведення повірки.....	6
9 Проведення повірки.....	7
10 Оформлення результатів повірки.....	9
Додаток А (обов'язковий) Форма протоколу повірки.....	11
Додаток Б (обов'язковий) Значення хвильових чисел та розширеної невизначенності стандартних зразків.....	13
Додаток В (довідковий) Бібліографія.....	19

ВСТУП

Цей стандарт застосовують для перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – Раман спектрометрів, що перебувають в експлуатації.

Спектрометри призначені для визначення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання методом Раман-спектрометрії при дослідженні оптичних спектрів для ідентифікації речовин та матеріалів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія
Методика повірки
РАМАН-СПЕКТРОМЕТРИ
Metrology
Verification procedure
RAMAN SPECTROMETERS

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на Раман-спектрометри (далі – спектрометри) та встановлює методику їх повірки, а саме: операції повірки, засоби повірки, вимоги до кваліфікації персоналу, умови проведення повірки, вимоги щодо безпеки, підготовку до проведення та проведення повірки, обробку результатів вимірювань та оформлення результатів повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип спектрометрів), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку спектрометрів.

1.4 Під час повірки спектрометра необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на спектрометр та засоби повірки, зазначені в розділі 6 цього стандарту.

1.5 Міжповірочний інтервал спектрометрів визначають згідно з [4].

1.6 Повірка спектрометрів, які не застосовують у сфері законодавчо регульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки повірки викладено в розділі 9 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки

ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008 Метрологія. Стандартні зразки. Зміст сертифікатів і етикеток

ДСТУ-Н ISO Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

Примітка 1. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

3.1 Під час проведення повірки спектрометра виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1 – Перелік операцій повірки

Н.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки	Проведення операції під час повірки після ремонту
1	Зовнішній огляд	9.1	+	+
2	Перевірка працездатності	9.2	+	+
3	Визначення метрологічних характеристик	9.3	+	+
3.1	Визначення абсолютної похибки відтворення хвильових чисел	9.3.1	+	+

3.2 У разі отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, спектрометр визнається не придатним до застосування.

4 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

4.1 Перелік еталонів та допоміжного обладнання, а також операції повірки, під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт стандарту	Назва еталона (стандартного зразка), метрологічні характеристики
11.3.1	Сертифіковані стандартні зразки [6] хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання згідно з додатком Б.

Примітка 2. Рекомендується застосування не менше двох зразків із списку, що наданий в додатку Б.

Таблиця 3 – Допоміжне обладнання, необхідне для проведення повірки

Пункт стандарту	Назва допоміжного обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
8	Термогігрометр будь-якого типу; діапазон вимірювань температури – від 0 °С до 50 °С, границі абсолютної похибки вимірювання температури – $\pm 0,5$ °С, діапазон вимірювання відносної вологості повітря – від 10 % до 95 %, границі абсолютної похибки вимірювання відносної вологості повітря – ± 5 %

Примітка 3. Еталони повинні мати чинні сертифікати/свідоцтва про калібрування, стандартні зразки повинні відповідати вимогам ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008, ДСТУ-Н ISO Guide 35:2006, а допоміжне обладнання повинно мати чинні сертифікати/свідоцтва про калібрування або повірку.

Примітка 4. Метрологічні та технічні характеристики допоміжного обладнання, необхідного для проведення повірки, повинні бути документально засвідчені. Вимоги до допоміжного обладнання встановлено в ДСТУ OIML D 23.

Примітка 5. Дозволяється застосування інших засобів повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

5 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

5.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки спектрометра, повинен відповідати вимогам [3].

5.2 До повірки допускаються фахівці, які:

- вивчили порядок роботи з спектрометром (експлуатаційні документи на спектрометр);
- пройшли в установленому порядку інструктаж з охорони праці та техніки безпеки на робочому місці.

6 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

Під час проведення повірки в лабораторії повинні виконуватися такі умови:

- температура навколишнього повітря повинна бути в діапазоні від 15 °С до 25 °С;
- відносна вологість повітря – до 80 %.

Умови проведення повірки повинні бути документовані у протоколі повірки, форму та вимоги до змісту якого наведено в додатку А до цього стандарту.

7 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

7.1 Під час проведення повірки необхідно дотримуватися вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, наведених в експлуатаційних документах на спектрометр та засоби повірки.

7.2 Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане протипожежною сигналізацією та засобами пожежогасіння.

7.3 Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією.

7.4 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії спектрометра і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

7.5 Вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимих концентрацій, встановлених ГОСТ 12.1.005. Контроль за вмістом шкідливих речовин у повітрі робочої зони здійснюється у порядку, встановленому органами державного санітарного нагляду.

8 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

8.1 Перед проведенням повірки необхідно:

– пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих спектрометрів, що введені в

обіг після введення технічного регламенту [5] або свідоцтва про попередню повірку;

- перевірити термін придатності стандартного зразку;
- підготувати засоби повірки відповідно їх експлуатаційних документів.

9 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

9.1 Зовнішній огляд

9.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

9.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено наступне:

- комплектність відповідає вимогам експлуатаційних документів виробника;
- відсутні зовнішні пошкодження спектрометра, що можуть впливати на його роботу;
- відсутні дефекти, що ускладнюють зчитування маркування спектрометра;
- відсутні дефекти та пошкодження екрану (у випадку, коли спектрометр не керується за допомогою зовнішнього комп'ютера).

9.1.3 Результати зовнішнього огляду заносять до протоколу повірки.

9.2 Перевірка працездатності

9.2.1 Перевірки працездатності здійснюється в автоматичному режимі при включенні або в меню самодіагностики.

9.2.2 Результат перевірки вважають позитивним, якщо після включення спектрометра виконані всі операції самоконтролю або після закінчення самодіагностики відсутні повідомлення про помилки.

9.2.3 Результати перевірки працездатності заносять до протоколу повірки.

9.3 Визначення метрологічних характеристик

9.3.1 Визначення абсолютної похибки відтворення хвильових чисел

9.3.1.1 Встановити згідно з експлуатаційними документами на спектрометр наступні налаштування:

- мінімальне значення роздільної здатності;
- число сканувань – 32.

9.3.1.2 Провести корекцію базової лінії згідно з експлуатаційними документами на спектрометр.

9.3.1.3 Виконати серію вимірювань одного з стандартних зразків. Кількість вимірювань $n = 5$.

9.3.1.4 Зареєструвати виміряні значення хвильових чисел, що відповідають максимумам інтенсивності розсіяного випромінювання стандартного зразку.

9.3.1.5 Обчислити абсолютну похибку для кожного вимірювання відтворення хвильових чисел за формулою (1):

$$\Delta v_{ik} = \left| v_{ik} - v_{\dot{a}.k} \right|, \quad (1)$$

де $v_{\dot{a}.k}$ – дійсне значення хвильового числа k -го максимуму інтенсивності розсіяного випромінювання, см^{-1} ;

v_{ik} – i -те значення хвильового числа k -го максимуму інтенсивності розсіяного випромінювання, см^{-1} .

9.3.1.6 Повторити операції за пунктами 9.3.1.2 – 9.3.1.5.

9.3.1.7 Результат визначення абсолютної похибки відтворення хвильових чисел спектрометра заносять до протоколу.

10 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

10.1 Результати повірки спектрометра вважають позитивними, якщо отримане значення похибки (за модулем) не перевищує максимально допустиму похибку, встановлену під час оцінки відповідності за технічним регламентом [5] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [5].

Для спектрометрів, введених в обіг до набуття чинності [5], результати повірки вважають позитивними, якщо їх похибка (за модулем) не перевищує допустимі похибки, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації.

10.2 Позитивні результати повірки засвідчують оформленням свідоцтва про повірку спектрометра за формою згідно з додатком 2 до [2].

10.3 У разі якщо за результатами повірки спектрометр визнано таким, що не відповідає встановленим вимогам, оформлюють довідку про непридатність спектрометра за формою згідно з додатком 4 до [2].

10.4 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця. У висновку зазначаються результати повірки спектрометра в обсязі, визначеному в заявці на проведення експертної повірки.

10.5 За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 до [2], яку підписує персонал, що проводив повірку, та керівник організації виконавця.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ

ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № _____ Від « ____ » _____ р.

(найменування, тип ЗВТ)

Заводський номер _____

Виробник _____

Належить _____

Повірка проводиться відповідно до	
Засоби повірки та допоміжне обладнання, що застосовувались під час повірки	

Умови повірки:

T, °C		φ, %	
-------	--	------	--

Результати повірки

Зовнішній огляд	Відповідає/ не відповідає	Контроль функціонування	Відповідає/ не відповідає

Визначення метрологічних характеристик

Таблиця А.1 – Визначення абсолютної похибки відтворення хвильових чисел.

$U_{ik}, \text{см}^{-1}$		$U_{d.k}, \text{см}^{-1}$	$\Delta U_{Ik}, \text{см}^{-1}$
№ вимір.	Зразок		
1			
2			
3			
4			
5			
Середнє значення			

прДСТУ ____: 20__

Висновки за результатами повірки

Спектрометр визнається придатним / не придатним та допускається / не допускається до застосування.

Повірник _____

_____ підпис

_____ Прізвище, І.Б.

ДОДАТОК Б

(обов'язковий)

ЗНАЧЕННЯ ХВИЛЬОВИХ ЧИСЕЛ ТА РОЗШИРЕННІ
НЕВИЗНАЧЕНОСТІ СТАНДАРТНИХ ЗРАЗКІВ

Б.1 Графік розташування, значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання та розширена невизначеність для стандартного зразку нафталіну надані на рисунку Б.1 та в таблиці Б.1.

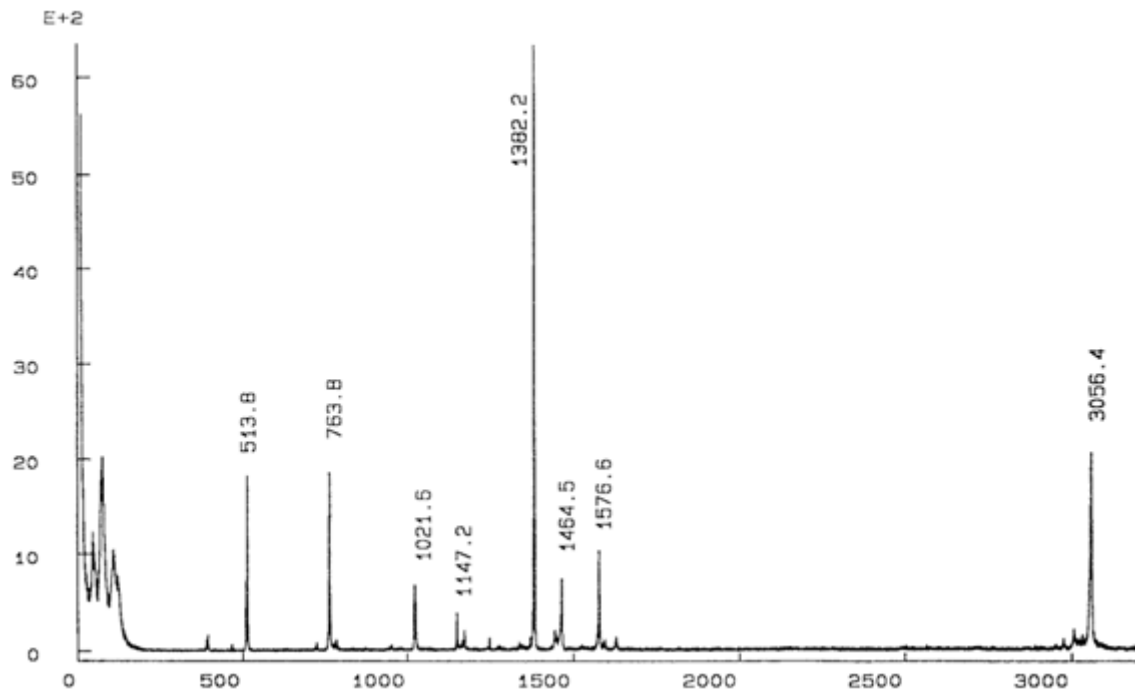


Рисунок Б.1 – Графік розташування піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Таблиця Б.1 – Значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Значення хвильового числа піку інтенсивності розсіяного випромінювання, cm^{-1}	Розширена невизначеність, cm^{-1}
513,8	0,32
763,8	0,32
1021,6	0,50
1147,2	0,34
1382,2	0,32
1464,5	0,30

прДСТУ ____: 20__

1576,6	0,30
3056,4	0,42

Б.2 Графік розташування, значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання та розширена невизначеність для стандартного зразку сульфуру надані на рисунку Б.2 та в таблиці Б.2.

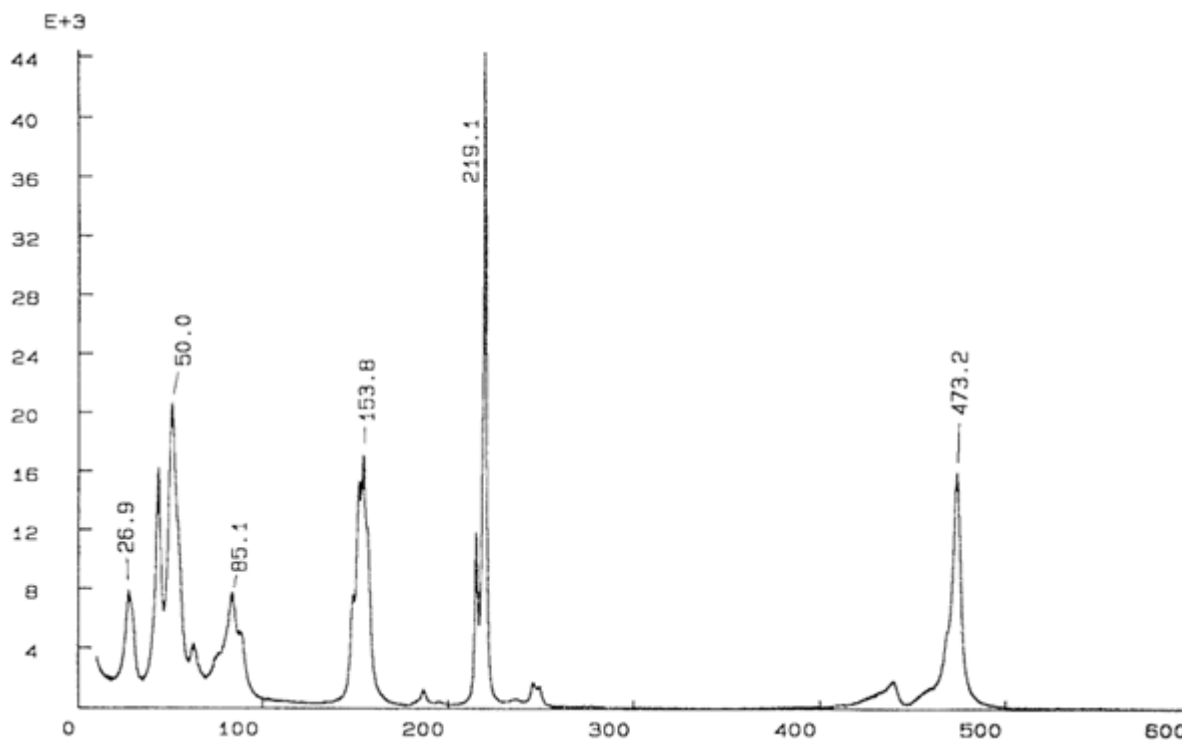


Рисунок Б.2 – Графік розташування піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Таблиця Б.2 – Значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Значення хвильового числа піку інтенсивності розсіяного випромінювання, cm^{-1}	Розширена невизначеність, cm^{-1}
153,8	0,50
219,1	0,48
473,2	0,50

Б.3 Графік розташування, значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання та розширена невизначеність для стандартного зразку полістиролу надані на рисунку Б.3 та в таблиці Б.3.

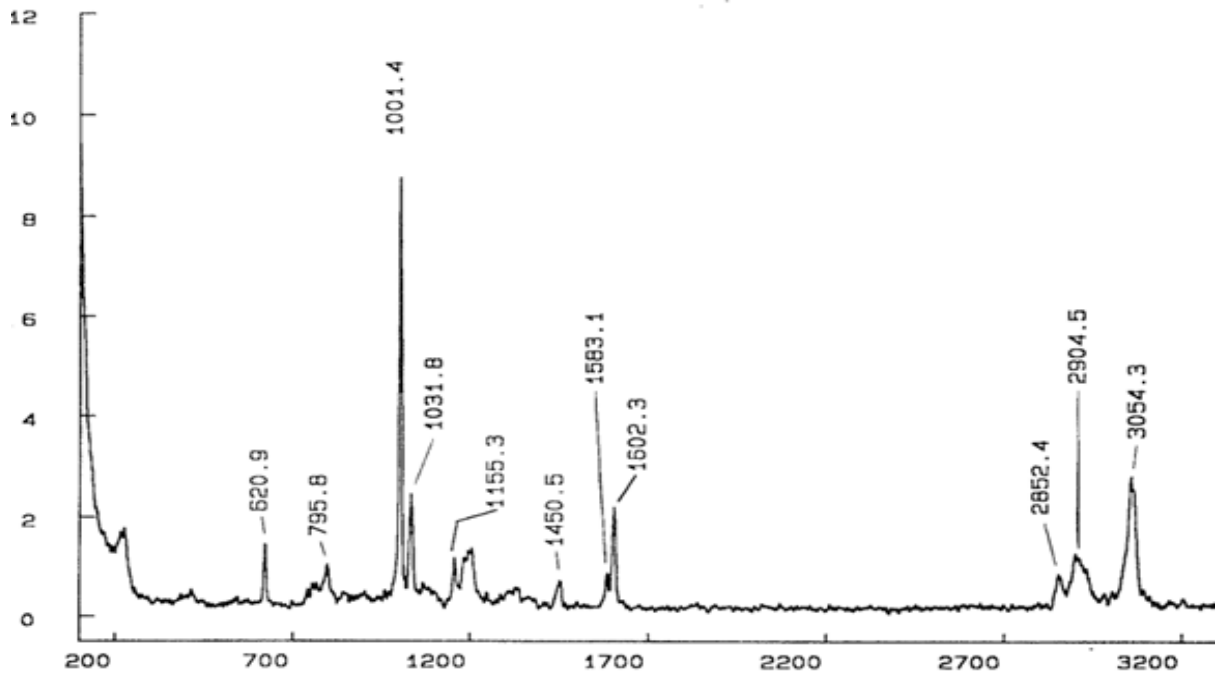


Рисунок Б.3 – Графік розташування піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Таблиця Б.3 – Значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Значення хвильового числа піку інтенсивності розсіяного випромінювання, cm^{-1}	Розширена невизначеність, cm^{-1}
620,9	0,70
795,8	0,78
1001,4	0,54
1031,8	0,44
1155,3	0,56
1450,5	0,56
1583,1	0,86
1602,3	0,74
2852,4	0,90
2904,5	1,22
3054,3	1,36

Б.4 Графік розташування, значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання та розширена невизначеність для стандартного зразку суміші толуолу та ацетонітрилу (50/50) надані на рисунку Б.4 та в таблиці Б.4.

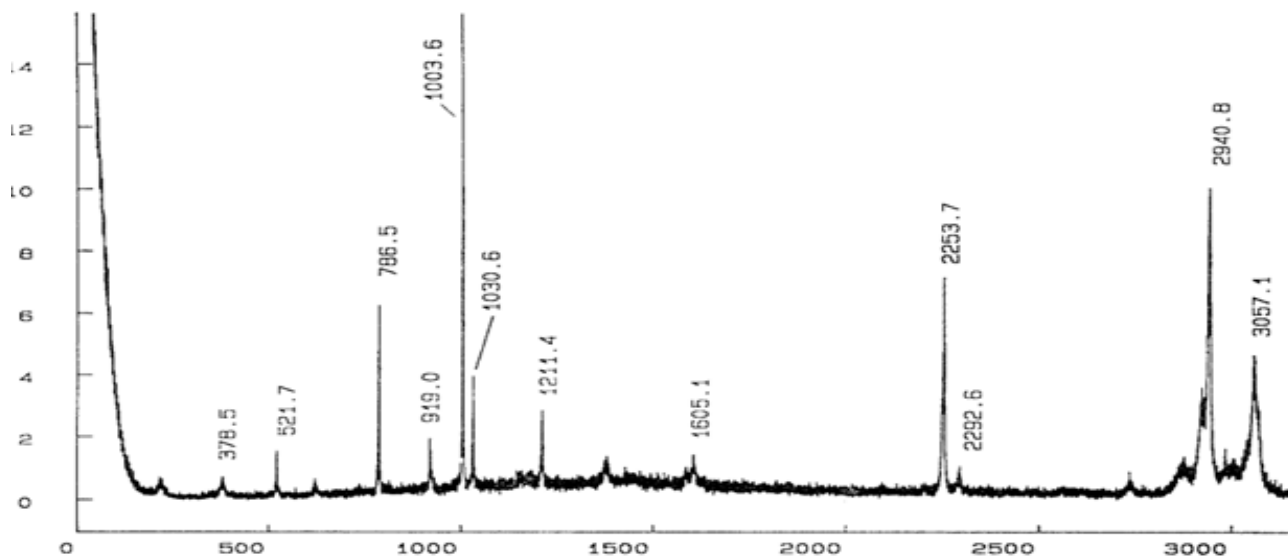


Рисунок Б.4 – Графік розташування піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Таблиця Б.4 – Значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Значення хвильового числа піку інтенсивності розсіяного випромінювання, cm^{-1}	Розширена невизначеність, cm^{-1}
378,5	0,92
521,7	0,34
786,5	0,40
919,0	0,40
1003,6	0,38
1030,6	0,36
1211,4	0,32
1605,1	0,48
2253,7	0,42
2292,6	0,80
2940,8	0,26
3057,1	0,64

Б.5 Графік розташування, значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання та розширена невизначеність для стандартного зразку циклогексану надані на рисунку Б.5 та в таблиці Б.5.

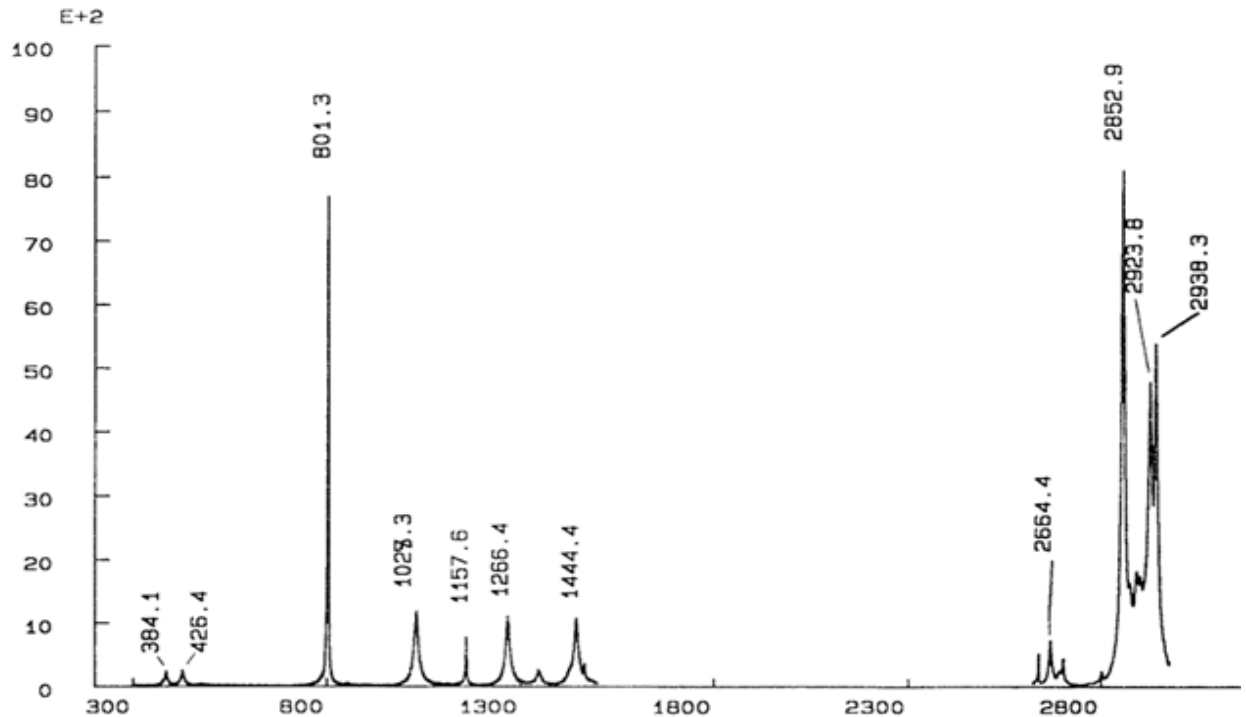


Рисунок Б.5 – Графік розташування піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Таблиця Б.5 – Значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Значення хвильового числа піку інтенсивності розсіяного випромінювання, cm^{-1}	Розширена невизначеність, cm^{-1}
384,1	0,78
426,3	0,42
801,3	0,96
1028,3	0,46
1157,6	0,54
1266,4	0,58
1444,4	0,30
2664,4	0,42
2852,9	0,32
2923,8	0,36
2938,3	0,52

Б.6 Графік розташування, значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання та розширена невизначеність для стандартного зразку бензонітрилу надані на рисунку Б.6 та в таблиці Б.6.

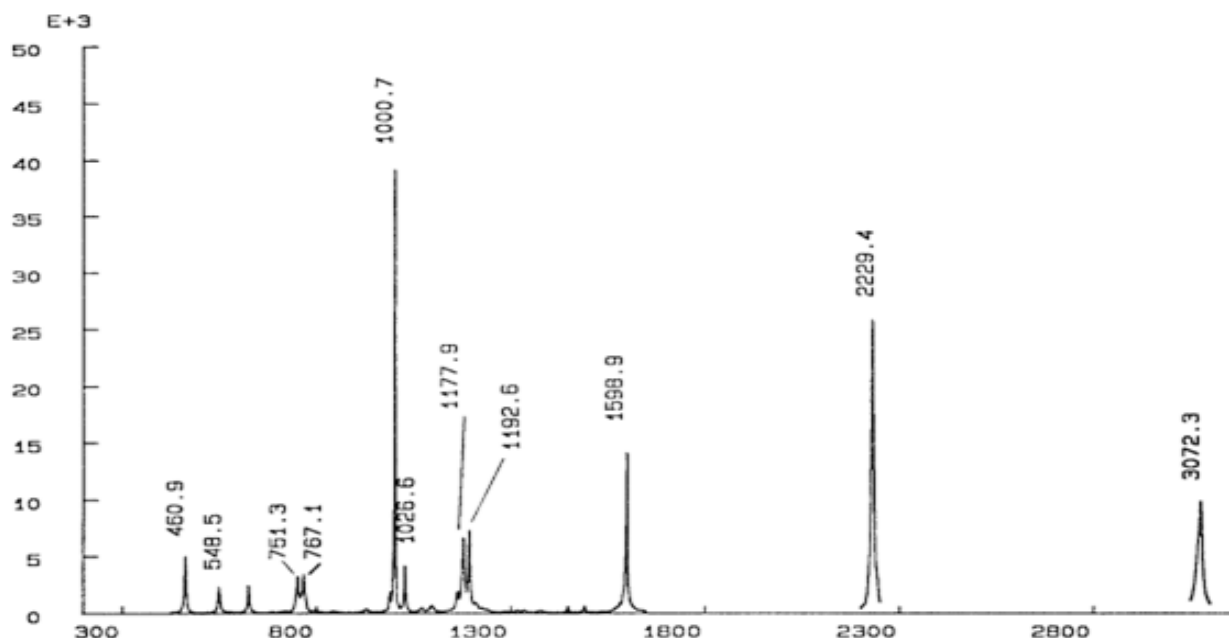


Рисунок Б.6 – Графік розташування піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Таблиця Б.6 – Значення хвильових чисел піків інтенсивності розсіяного випромінювання

Значення хвильового числа піку інтенсивності розсіяного випромінювання, cm^{-1}	Розширена невизначеність, cm^{-1}
460,9	0,74
548,5	0,82
751,3	0,74
767,1	0,60
1000,7	0,98
1026,6	0,82
1177,9	0,82
1192,6	0,56
1598,9	0,70
2229,4	0,40
3072,3	0,42

ДОДАТОК В

(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність»

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408

3 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

4 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

5 Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки

6 ASTM E 1840. Standard Guide for Raman Shift Standards Spectrometer Calibration

прДСТУ ____: 20__

Код згідно з ДК 004 17.020

Ключові слова: повірка, похибка, спектрометр, стандартний зразок, хвильове число.