

СОГЛАСОВАНО

Директор ФГБУ «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов

2023 г.



«ГСИ. Спектрометры рамановские лазерные сканирующие 3D

Confotec MR200.

Методика поверки»

МП 015.Д4-23

Главный метролог  
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

2023 г.

Главный научный сотрудник  
ФГБУ «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

2023 г.

Москва  
2023 г.

## **1 Общие положения**

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры рамановские лазерные сканирующие 3D Confotec MR200 (далее – спектрометры), предназначенные для измерений содержания органических и неорганических веществ в твердых и жидким образцах различных веществ и материалов по спектрам комбинационного рассеяния и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к стандартным справочным данным о физических константах и свойствах веществ и материалов ГСССД 354-2019 «Максимумы пиков рамановского спектра ацетамидофенола, 1,4-бис(2-метилстирил) бензола, бензонитрила, нафтилина, полистирола, серы, смеси толуола и ацетонитрила и циклогексана», утвержденных Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (далее - Росстандарт) № 1707 от 23.07.2019 «Об утверждении стандартных справочных данных значений физических констант и показателей свойств веществ и материалов».

Проверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон измерений, $\text{см}^{-1}$	от 380 до 2940
Пределы допускаемой абсолютной погрешности шкалы волновых чисел, $\text{см}^{-1}$	$\pm 3,0$

## **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

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Проверка спектрального диапазона измерений, определение абсолютной погрешности шкалы 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, кПа от 84,0 до 106,7.

#### **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 спектрометр.

4.2 Проверку 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
<p>п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений</p>	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более 0,2 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с</p>	<p>Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11</p>

Операция поверки, требующая применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа	
п. 10 Определение метрологических характеристик	<p>Стандартный образец утвержденного типа, представляющий собой вещество (далее – стандартный образец), для которого прописаны максимумы пиков рамановского спектра в ГССД 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.</p> <p>Положение максимумов пиков линий рамановского спектра в диапазоне от 380 до 2940 <math>\text{см}^{-1}</math>. Допустимое стандартное отклонение не более 1,5 <math>\text{см}^{-1}</math></p>	ГСО 8581-2004 Стандартный образец плотности жидкости (РЭП-3) ГСО 8581-2004 представляет собой Циклогексан <sup>1)</sup> по ГОСТ 14198-78 с плотностью при температуре $20,00 \pm 0,01^\circ\text{C}$ от 772,2 до 787,2 $\text{кг}/\text{м}^3$ , границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения плотности циклогексана (при $P = 0,95$ ) $\pm 0,05\%$
Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

<sup>1)</sup> значения положения максимумов пиков линий рамановского спектра циклогексана и значения допустимого стандартного отклонения по ГССД 354-2019 приведены в таблице 5 настоящей методики поверки.

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

## 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 на спектрометры.

## 7 Внешний осмотр средства измерений

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

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

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

7.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид спектрометра соответствует фотографическим изображениям из описания типа на данный спектрометр;

- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;

- комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа на данный спектрометр;

- маркировка спектрометра содержит сведения о производителе, типе и заводском номере прибора.

## **8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

8.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.2 Опробование спектрометра включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим.

8.3 Проверка выхода на рабочий режим спектрометра проводится путём включения спектрометра в соответствии с указаниями, приведёнными в руководстве по эксплуатации и запуска программы «NanoSysProg» (далее - «NanoSP»). После прогрева спектрометра (выхода на режим) на дисплее отображается главное меню спектрометра и программное обеспечение спектрометра не выдаёт ошибок, а значение температуры сенсора цифровой камеры составляет  $-15^{\circ}\text{C}$ . Достижение заданной температуры сенсора цифровой камеры спектрометра будет обозначено зеленым цветом в главной инструментальной панели программы «NanoSP» (рисунок 1).

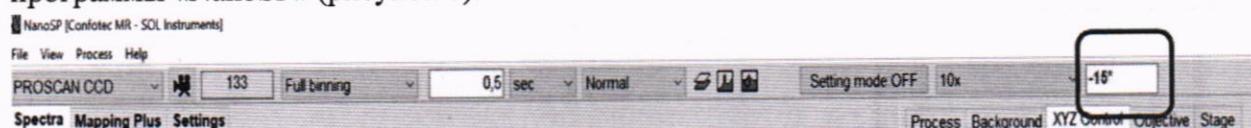


Рисунок 1 – Обозначение температуры сенсора цифровой камеры спектрометра в программе «NanoSP»

8.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

– спектрометр вышел на рабочий режим в полном соответствии с руководством по эксплуатации, значение температуры сенсора цифровой камеры составляет  $-15^{\circ}\text{C}$ .

## **9 Проверка программного обеспечения средства измерений**

9.1 Спектрометр имеет программное обеспечение (далее – ПО), установленное на персональном компьютере (далее – ПК). Для проверки версии ПО в главном меню ПО выбрать подменю «Help» → «About». В появившемся диалоговом окне будут обозначены идентификационное наименование ПО и текущая версия ПО спектрометра (рисунок 2).

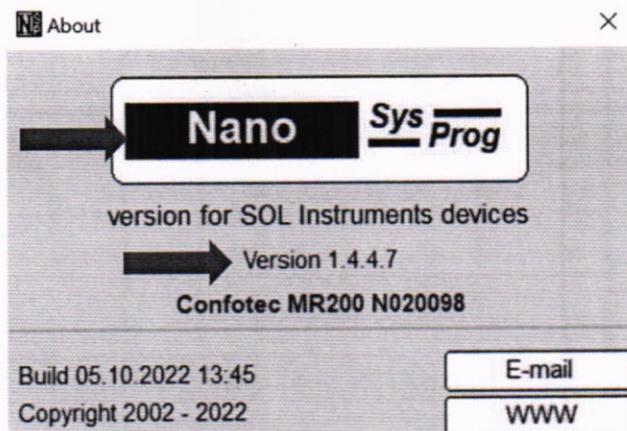


Рисунок 2 – Проверка версии ПО спектрометра

9.2 Спектрометр 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	NanoSysProg
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.4.4.7
Цифровой идентификатор ПО	-

## 10 Определение метрологических характеристик средства измерений

### 10.1 Проверка спектрального диапазона измерений, определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

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

10.1.2 Установить стандартный образец на предметный столик спектрометра<sup>1</sup>.

10.1.3 Для фокусировки лазерного излучения на поверхности образца используются объективы, установленные в турели спектрометра. Для проведения измерений использовать объектив с кратностью, позволяющей добиться максимально четкой фокусировки лазерного излучения на поверхности образца в соответствии с п.10.1.5 настоящей методики поверки<sup>2</sup>. Подбор объектива для проведения измерений рекомендуется начинать с объектива с наименьшей кратностью. Все установленные на спектрометре объективы будут доступны в раскрывающемся списке главной инструментальной панели ПО спектрометра (рисунок 3).

10.1.4 Установить параметры настройки спектрометра в панели «Nano 30». Для этого нажать кнопкой мыши на закладку **XYZ Control** и во вкладке «Spectrometer» установить параметры измерений в соответствии с рисунком 3.

<sup>1</sup> – В случае применения стандартных образцов, представляющих собой жидкость или сыпучее вещество, поместить в тару высотой не более 2 см без крышки, в случае применения твердых стандартных образцов дополнительное оборудование не требуется.

<sup>2</sup> Для проведения измерений на стандартных образцах циклогексана рекомендуется использовать объектив 10<sup>x</sup>.

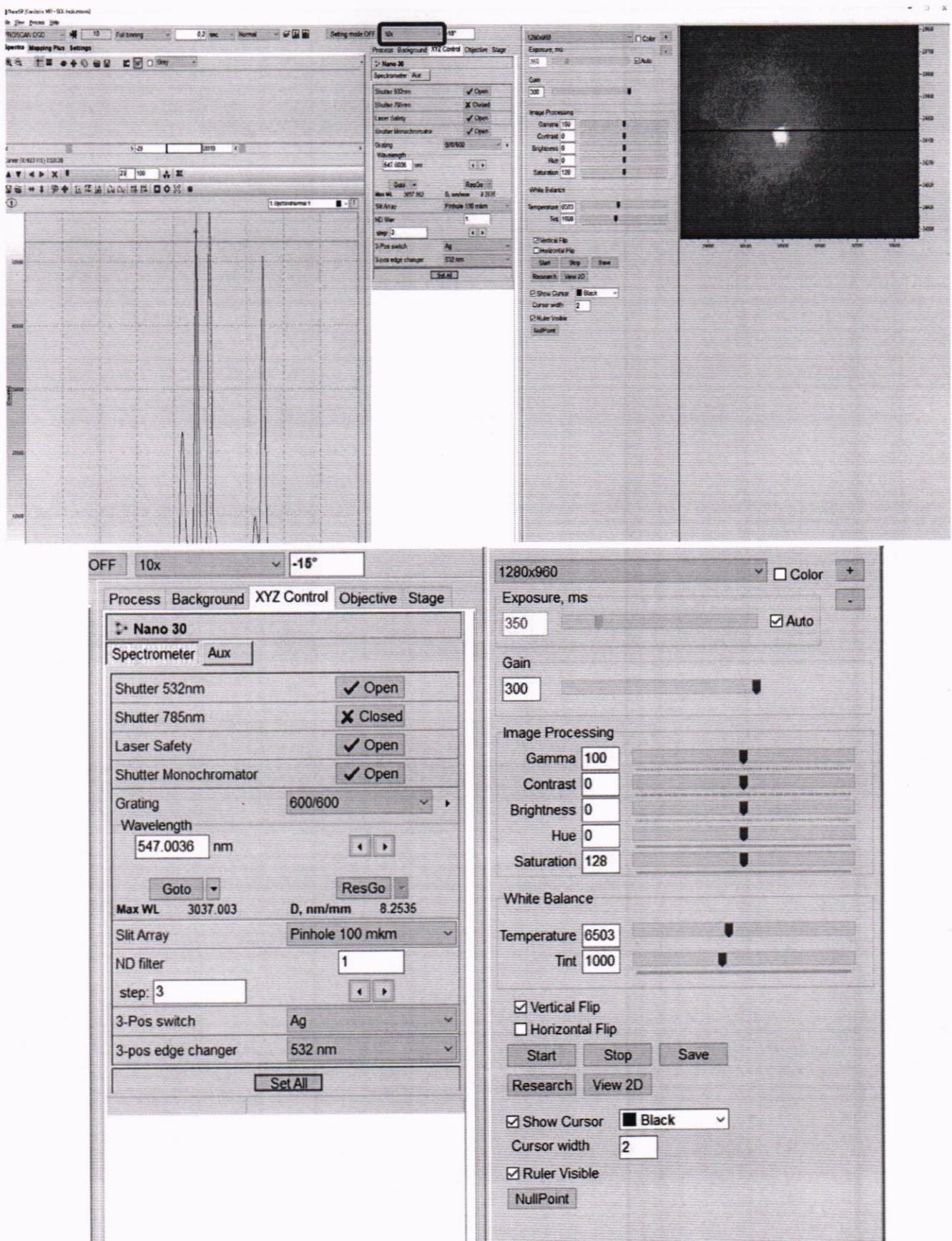


Рисунок 3 – Параметры настройки спектрометра для проведения измерений

Для применения указанных настроек нажать кнопку «Set All».

10.1.5 Сфокусироваться на образце, наблюдая его с помощью видеокамеры спектрометра и используя ручки настройки, расположенные по бокам микроскопа спектрометра. Если излучение лазера мешает наблюдению образца при фокусировке рекомендуется закрыть затвор лазера, для чего в меню ПО в секции управления 3-х позиционным переключателем зеркал в графе ПО «3-Pos switch» выбрать «Empty» и нажать кнопку «Set All». После фокусирования на образце, перед проведением измерений в графе ПО «3-Pos switch» выбрать «Ag» и нажать кнопку «Set All».

10.1.6 Провести сканирование рамановского спектра стандартного образца, для чего нажать на кнопку (Scan Start/Stop) (во время проведения измерений значок станет красным). Результат сканирования будет отображен в графическом окне ПО спектрометра.

10.1.7 Определить значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра.

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

№	Значение	
	Положение максимумов пиков линий рамановского спектра образца циклогексана, см <sup>-1</sup>	Допустимое стандартное отклонение, см <sup>-1</sup>
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
8	2664,4	± 0,42
9	2852,9	± 0,32
10	2923,8	± 0,36
11	2938,3	± 0,51

10.1.8 Повторить действия, описанные в п. 10.1.6 - 10.1.7 ещё 4 раза.

10.1.9 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<sup>-1</sup>, по формуле

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

где  $\nu_i^j$  – значения волнового числа, см<sup>-1</sup>, соответствующее положению максимума  $i$ -го пика рамановского спектра при  $j$ -м измерении;

$n$  – число измерений, равное 5.

11.2 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического каждой серии измерений волновых чисел  $S_v$ ,  $\text{см}^{-1}$ , по формуле

$$S_v = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (v_i^j - \bar{v}_i)^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

11.3 Рассчитать значение случайной погрешности  $\varepsilon$ ,  $\text{см}^{-1}$ , каждой серии измерений волновых чисел по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S_v \quad (3)$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента (значение коэффициента Стьюдента  $t = 2,776$  при  $P=0,95$  по ГОСТ Р 8.736-2011).

11.4 Рассчитать границу абсолютной неисключенной систематической погрешности результата измерений волнового числа при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ,  $\text{см}^{-1}$ , по формуле

$$Q_v = \pm \sum_n^m |Q_{iv}| = \pm (|\bar{v}_i - v_{ij}| + |\Delta v_{ij}|) \quad (4)$$

где  $Q_{iv}$  – граница  $i$ -й неисключенной систематической погрешности результата измерений волнового числа,  $\text{см}^{-1}$ ;

$\Delta v_{ij}$  – допустимое стандартное отклонение положения максимумов пиков линий рамановского спектра для циклогексана, указанное в таблице 5,  $\text{см}^{-1}$ ;

$v_{ij}$  – значение положения максимумов пиков линий рамановского спектра для циклогексана, указанное в таблице 5,  $\text{см}^{-1}$ .

11.5 Рассчитать значение абсолютной погрешности результата измерений шкалы волновых чисел,  $\text{см}^{-1}$ , по формуле

$$\Delta_v = k \cdot S_{v\text{сумм}} \quad (5)$$

где  $k$  – коэффициент, рассчитываемый по эмпирической формуле

$$K = \frac{\varepsilon + Q_v}{S_v + \frac{Q_v}{\sqrt{3}}} \quad (6)$$

$S_{v\text{сумм}}$  – оценка суммарного СКО,  $\text{см}^{-1}$ , рассчитывается по формуле

$$S_{v\text{сумм}} = \sqrt{\left(\frac{Q_v}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_v^2} \quad (7)$$

11.6 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если спектральный диапазон измерений составляет от 380 до 2940  $\text{см}^{-1}$ , значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает  $\pm 3,0 \text{ см}^{-1}$ .

## **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 Спектрометры 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 спектрометры считаются прошедшими поверку с отрицательным результатом и не допускаются к применению.

12.3 По заявлению владельца средств измерений или лица, представивших их на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средств измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельства 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 (далее – приказ № 2510). Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено.

12.4 По заявлению владельца средств измерений или лица, представивших их на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средств измерений метрологическим требованиям) выдает извещения о непригодности к применению средств 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 015.Д4-23  
«ГСИ. Спектрометры рамановские лазерные сканирующие 3D  
Confotec MR200»

**ПРОТОКОЛ ————— ПЕРВИЧНОЙ  
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ**

Спектрометр рамановский лазерный сканирующий 3D Confotec MR200  
(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 015.Д4-23 «ГСИ. Спектрометры  
рамановские лазерные сканирующие 3D  
Confotec MR200. 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 длины волны, см <sup>-1</sup>									
1										
2										
3										
4										
5										
$\bar{v}_i$ , см <sup>-1</sup>										
$v_{3j}$ , см <sup>-1</sup>										
$\Delta v_{3j}$ , см <sup>-1</sup>										

Таблица А.2 – Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Спектральный диапазон измерений, см <sup>-1</sup>	от 380 до 2940		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности шкалы волновых чисел, см <sup>-1</sup>	± 3,0		

## 5 Заключение по результатам поверки:

Начальник отдела:

Дата поверки:

Поверитель:

Подпись Фамилия И.О.

Подпись Фамилия И.О.