

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора  
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Е.А. Гаврилова

2024 г.

«ГСИ. Меры волновых чисел рамановских сдвигов.  
Методика поверки»

МП 039.Р3-24

Главный метролог  
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода  
«30 октября» 2024 г.

г. Москва  
2024 г.

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Меры волновых чисел рамановских сдвигов (далее по тексту – меры), предназначенные для хранения и передачи единиц волновых чисел рамановских сдвигов, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной поверки.

1.2 По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость в соответствии с локальной поверочной схемой, структура которой приведена в приложении А, к следующим первичным эталонам:

- Государственному первичному эталону единицы длины – метра ГЭТ 2-2021;
- Государственному первичному специальному эталону единиц энергии, распределения плотности энергии, длительности импульса и длины волны лазерного излучения ГЭТ 187-2016.

1.3 Поверка мер выполняется методом прямых измерений.

1.4 Метрологические характеристики мер указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон волновых чисел рамановских сдвигов, $\text{см}^{-1}$	от 80 до 3000
Диапазон допускаемых значений волновых чисел рамановских сдвигов, $\text{см}^{-1}$	$85,1 \pm 10,0$ $153,8 \pm 10,0$ $219,1 \pm 10,0$ $473,2 \pm 10,0$ $620,9 \pm 10,0$ $795,8 \pm 10,0$ $1001,4 \pm 10,0$ $1031,8 \pm 10,0$ $1155,3 \pm 10,0$ $1450,5 \pm 10,0$ $1583,1 \pm 10,0$ $1602,3 \pm 10,0$ $2852,4 \pm 10,0$ $2904,5 \pm 10,0$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения волновых чисел рамановских сдвигов, $\text{см}^{-1}$	$\pm 1$

## 2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при первичной поверке	Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
Внешний осмотр средства измерений	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	8
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	9
Проверка диапазона волновых чисел рамановских сдвигов и определение абсолютной погрешности измерения волновых чисел рамановских сдвигов	Да	9.1
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	Да	10

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

### 3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 Все операции поверки проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

3.2 В помещении не допускаются посторонние источники излучения.

### 4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (далее по тексту – РЭ) поверяемой меры и средств поверки, ознакомившихся с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н, и прошедших полный инструктаж по технике безопасности.

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 поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения 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	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от <math>+15^{\circ}\text{C}</math> до <math>+25^{\circ}\text{C}</math> с абсолютной погрешностью <math>\pm 0,2^{\circ}\text{C}</math>;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 80 % с абсолютной погрешностью <math>\pm 3\%</math>;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью <math>\pm 0,13</math> кПа</p> <p>Эталоны единиц волновых чисел линий комбинационного рассеяния света не ниже уровня рабочего эталона 1 разряда, в соответствии с локальной поверочной схемой для средств измерений волновых чисел линий комбинационного рассеяния света, относительных интенсивностей линий комбинационного рассеяния света и флуоресценции</p> <p>Диапазон передачи единиц волновых чисел линий комбинационного рассеяния света от 80 до <math>4000\text{ cm}^{-1}</math></p> <p>Доверительные границы погрешности при передаче единицы волновых чисел линий комбинационного рассеяния света (при доверительной вероятности <math>P = 0,95</math>) не более <math>\pm 0,8\text{ cm}^{-1}</math></p>	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М» рег. № 32014-11
п. 9 Определение метрологических характеристик	<p>Эталоны единиц волновых чисел линий комбинационного рассеяния света не ниже уровня рабочего эталона 1 разряда, в соответствии с локальной поверочной схемой для средств измерений волновых чисел линий комбинационного рассеяния света, относительных интенсивностей линий комбинационного рассеяния света и флуоресценции</p> <p>Диапазон передачи единиц волновых чисел линий комбинационного рассеяния света от 80 до <math>4000\text{ cm}^{-1}</math></p>	Государственный рабочий эталон 1 разряда единиц волновых чисел линий комбинационного рассеяния света, относительных интенсивностей линий комбинационного рассеяния света и флуоресценции рег. № 3.1.ZZA.0141.2024 (далее по тексту – рабочий эталон)
		Государственный рабочий эталон 1 разряда единиц волновых чисел линий комбинационного рассеяния света, относительных интенсивностей линий комбинационного рассеяния света и флуоресценции рег. № 3.1.ZZA.0141.2024

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Доверительные границы погрешности при передаче единицы волновых чисел линий комбинационного рассеяния света (при доверительной вероятности $P = 0,95$ ) не более $\pm 0,8 \text{ см}^{-1}$	

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

5.2 Средства поверки должны быть аттестованы (проверены) в установленном порядке.

## 6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.2 При выполнении поверки должны соблюдаться требования РЭ меры.

6.3 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.

6.4 При проведении измерений с источниками лазерного излучения следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 31581-2012.

## 7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Внешним осмотром меры должно быть установлено отсутствие видимых механических повреждений, вкраплений, царапин, загрязнений на поверхности меры.

7.2 Мера считается прошедшей операцию поверки, если она соответствует требованиям п. 7.1.

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

8.1 Подготовить рабочий эталон к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.2 Установить на рабочем эталоне дифракционную решетку с 1800 штрихами на миллиметр.

8.3 Установить на рабочем эталоне длину волны возбуждения комбинационного рассеяния света 633 нм.

8.4 Установить меру на предметный стол рабочего эталона.

8.5 Провести предварительную фокусировку лазерного излучения на поверхность оптического элемента меры, ориентируясь на максимум детектируемого сигнала комбинационного рассеяния света полистирола и серы.

8.6 Установить время накопления сигнала комбинационного рассеяния света полистирола и серы на рабочем эталоне в диапазоне, обеспечивающем наилучшее соотношение сигнал/шум. В случае необходимости для улучшения качества спектра, провести несколько накоплений спектров комбинационного рассеяния света.

8.7 Провести измерение спектра комбинационного рассеяния света меры в координатах «длина волны – интенсивность» в спектральном интервале длин волн от 675,5 до 676,5 нм.

8.8 Пересчитать полученные значения длин волн в значения волновых чисел в соответствии с правилами содержания и применения эталона ПРС № 3.1.ZZA.0141.2024.

8.9 Определить значение волнового числа рамановского сдвига, соответствующего максимальному значению интенсивности комбинационного рассеяния света, в диапазоне от 995 до 1015  $\text{см}^{-1}$ .

8.10 Результат опробования считается положительным, если определенное по п. 8.9 значение волнового числа рамановского сдвига находится в интервале от 995 до 1015  $\text{см}^{-1}$ .

## **9 Определение метрологических характеристик средства измерений**

9.1 Проверка диапазона волновых чисел рамановских сдвигов и определение абсолютной погрешности измерения волновых чисел рамановских сдвигов

9.1.1 Установить на рабочем эталоне дифракционную решетку с 1800 штрихами на миллиметр.

9.1.2 Установить на рабочем эталоне длину волны возбуждения комбинационного рассеяния света 633 нм.

9.1.3 Установить меру на предметный стол рабочего эталона.

9.1.4 Провести предварительную фокусировку лазерного излучения на поверхность оптического элемента меры, ориентируясь на максимум детектируемого сигнала комбинационного рассеяния света полистирола и серы.

9.1.5 Установить время накопления сигнала комбинационного рассеяния света на рабочем эталоне в диапазоне, обеспечивающем наилучшее соотношение сигнал/шум. В случае необходимости для улучшения качества спектра провести несколько накоплений спектра комбинационного рассеяния света.

9.1.6 Провести 10 измерений спектров комбинационного рассеяния света меры в координатах «длина волны – интенсивность» в спектральном интервале длин волн от 637,0 до 785,0 нм.

9.1.7 Сохранить полученные спектры.

9.1.8 Пересчитать полученные значения длин волн в значения волновых чисел в соответствии с правилами содержания и применения эталона ПРС № 3.1.ZZA.0141.2024.

9.1.9 Провести измерения в соответствии с п.п. 9.1.1 – 9.1.8 при длине волны возбуждения комбинационного рассеяния света 532 нм в спектральном интервале длин волн от 534,2 до 534,9 нм.

## 10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Рассчитать среднее значение результата измерения волнового числа рамановского сдвига ( $\bar{x}(k)$ ) меры для каждого номинального значения волнового числа рамановского сдвига  $k$ , приведенного в таблице 4, по формуле

$$\bar{x}(k) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x(k)_i, \quad (1)$$

где  $x(k)_i$  – значение волнового числа рамановского сдвига в максимуме, соответствующему максимальному значению интенсивности комбинационного рассеяния света меры, полученное в  $i$ -ом измерении спектра комбинационного рассеяния света меры, пика с номинальным значением волнового числа  $k$ , указанным в таблице 4,  $\text{см}^{-1}$ ;

$n$  – количество измерений спектров комбинационного рассеяния света меры.

Таблица 4 – Допускаемые значения волновых чисел рамановских сдвигов меры

№ п/п	Номинальные значения волновых чисел рамановских сдвигов ( $k$ ), $\text{см}^{-1}$	Допускаемые значения волновых чисел рамановских сдвигов, $\text{см}^{-1}$
1	85,1	$85,1 \pm 10,0$
2	153,8	$153,8 \pm 10,0$
3	219,1	$219,1 \pm 10,0$

№ п/п	Номинальные значения волновых чисел рамановских сдвигов ( $k$ ), см $^{-1}$	Допускаемые значения волновых чисел рамановских сдвигов, см $^{-1}$
4	473,2	$473,2 \pm 10,0$
5	620,9	$620,9 \pm 10,0$
6	795,8	$795,8 \pm 10,0$
7	1001,4	$1001,4 \pm 10,0$
8	1031,8	$1031,8 \pm 10,0$
9	1155,3	$1155,3 \pm 10,0$
10	1450,5	$1450,5 \pm 10,0$
11	1583,1	$1583,1 \pm 10,0$
12	1602,3	$1602,3 \pm 10,0$
13	2852,4	$2852,4 \pm 10,0$
14	2904,5	$2904,5 \pm 10,0$

10.2 Результат проверки диапазона волновых чисел рамановских сдвигов считается положительным, если все полученные значения волновых чисел рамановских сдвигов меры лежат в пределах диапазонов допускаемых значений волновых чисел рамановских сдвигов, указанных в таблице 4.

10.3 Рассчитать СКО случайной составляющей погрешности измерения значения волнового числа рамановского сдвига по формуле

$$S_k = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x(k)_i - \bar{x}(k))^2}, \quad (2)$$

где  $x(k)_i$  – значение волнового числа рамановского сдвига в максимуме, соответствующему максимальному значению интенсивности комбинационного рассеяния света меры, полученное в  $i$ -ом измерении спектра комбинационного рассеяния света меры, пика с номинальным значением волнового числа  $k$ , указанным в таблице 4, см $^{-1}$ ;

$\bar{x}(k)$  – среднее значение результата измерения волнового числа рамановского сдвига для номинального значения волнового числа рамановского сдвига  $k$ , рассчитанное по формуле 1, см $^{-1}$ ;

$k$  – номинальное значение волнового числа рамановского сдвига, указанного в таблице 4, см $^{-1}$ ;

$n$  – количество измерений спектров комбинационного рассеяния света меры.

10.4 Значение систематической составляющей погрешности измерения значения волнового числа рамановского сдвига принимается равным погрешности измерения волновых чисел рамановских сдвигов  $\theta_{\text{этал.}}$ , приведенной в паспорте на рабочий эталон.

10.5 Рассчитать доверительную границу абсолютной погрешности измерения волновых чисел рамановских сдвигов по формуле:

$$\delta_k = \sqrt{S_k^2 + S_{\text{эталона}}^2} \quad (3)$$

где  $S_k$  – значение СКО случайной составляющей погрешности измерения значения волнового числа рамановского сдвига с номинальным значением волнового числа  $k$ , указанного в таблице 4 и рассчитанного по формуле 2,  $\text{см}^{-1}$ ;

$S_{\text{эталона}}$  – значение доверительной границы погрешности при передаче единицы волновых чисел линий комбинационного рассеяния света (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ), указанное в паспорте на рабочий эталон,  $\text{см}^{-1}$ .

10.6 Результат определения абсолютной погрешности измерения волнового числа рамановского сдвига считается положительным, если рассчитанные значения доверительных границ абсолютной погрешности измерения волновых чисел, рассчитанных по формуле 3, не более  $1 \text{ см}^{-1}$ .

## 11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б.

11.2 Меры считают прошедшими поверку с положительным результатом и допускают к применению в качестве рабочего эталона 2-го разряда в соответствии с локальной поверочной схемой, приведенной в приложении А, если все операции поверки пройдены с положительным результатом и полученные значения метрологических характеристик удовлетворяют требованиям к рабочему эталону 2-го разряда в соответствии с локальной поверочной схемой. В ином случае меры считают прошедшими поверку с отрицательным результатом и не допускают к применению.

11.3 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 к рабочему эталону) 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 меры не предусмотрено.

11.4 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 к рабочему эталону) выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

11.5 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. В случае если по результатам поверки средство измерений соответствует обязательным требованиям к рабочему эталону, в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений передаются сведения, как о средстве измерений, применяемом в качестве эталона, с приложением протокола поверки.

Зам. начальника лаборатории



В.И. Нагаев

Ведущий научный сотрудник



А.Д. Левин

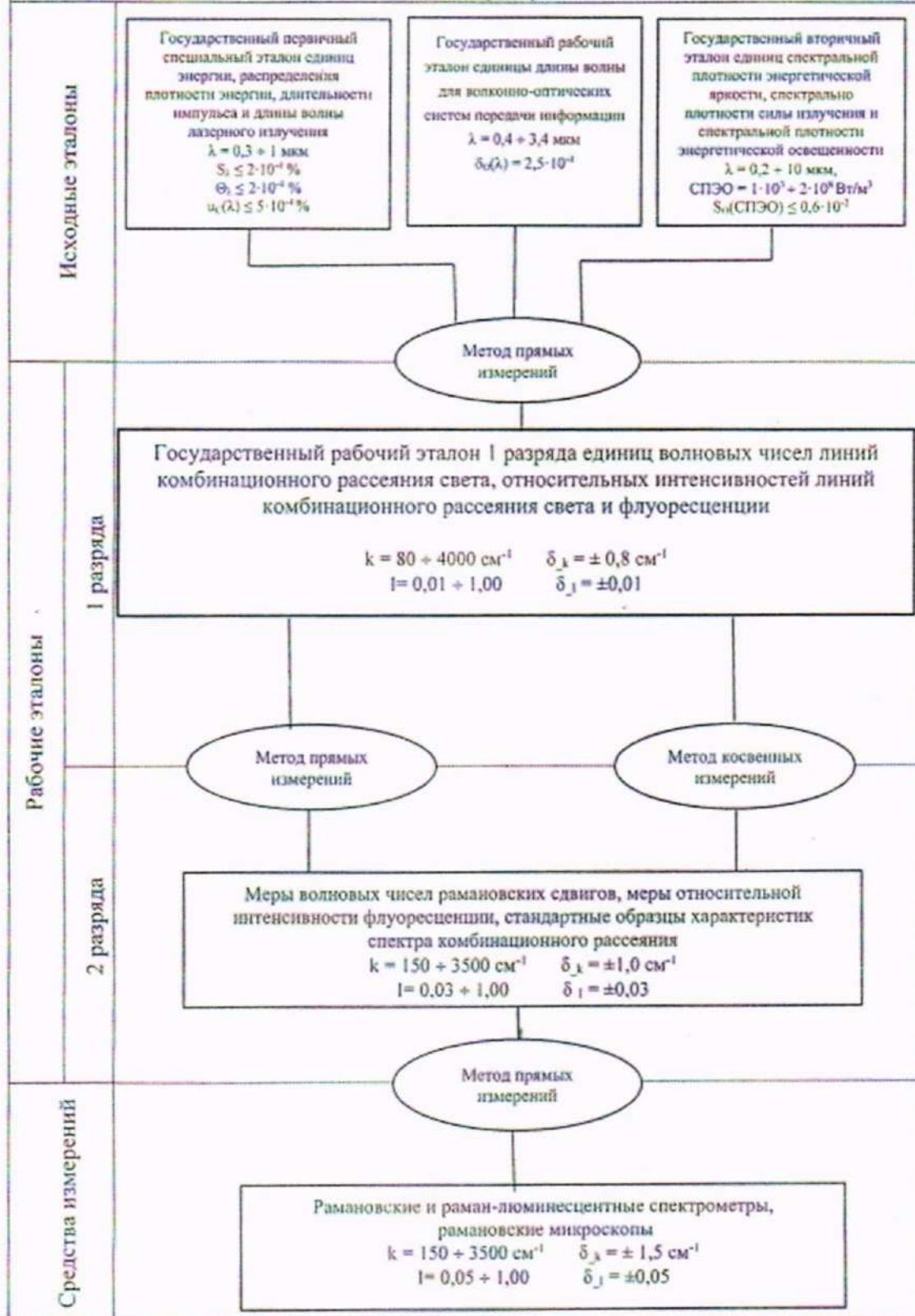
Научный сотрудник



М.К. Аленичев

## ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

### ЛОКАЛЬНАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ВОЛНОВЫХ ЧИСЕЛ ЛИНИЙ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА, ОТНОСИТЕЛЬНЫХ ИНТЕНСИВНОСТЕЙ ЛИНИЙ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА И ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ



ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ \_\_\_\_\_ ПОВЕРКИ №\_\_\_\_\_

Мера волновых чисел рамановских сдвигов  
(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)

Заводской номер:	
Год выпуска	
Изготовитель	
Регистрационный номер в ФИФ:	
Владелец СИ:	
Применяемые средства поверки:	
Применяемая методика поверки:	
Место проведения поверки:	
Условия поверки:	
– температура окружающего воздуха, °С	
– атмосферное давление, кПа	
– относительная влажность воздуха, %	

Проведение поверки:

- 1 Внешний осмотр: Соответствует/Не соответствует п. 7 МП
- 2 Опробование: Соответствует/Не соответствует п. 8 МП
- 3 Определение метрологических характеристик:
- 4 Заключение по результатам поверки: По результатам поверки средство измерений соответствует / не соответствует метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным / не пригодным к применению.

## МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Наименование характеристики	Единица измерения	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Значения волновых чисел рамановских сдвигов, $\text{см}^{-1}$	$\text{см}^{-1}$		
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения волновых чисел рамановских сдвигов	$\text{см}^{-1}$		

Поверитель \_\_\_\_\_ ФИО