

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»

Е.А. Гаврилова



М.п.

«17» декабря 2025 г.

«ГСИ. Спектрометры рамановские портативные.

Методика поверки»

МП 034.Д4-25

Главный метролог

ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«17» декабря 2025 г.

Москва
2025 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры рамановские портативные, выпускающиеся в модификациях RL532, RL638, RL785, RL1064 (далее – спектрометры), предназначенные для измерений содержания органических и неорганических веществ по спектрам комбинационного рассеяния в жидких или твердых образцах, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к единицам величин «длина волны лазерного излучения», воспроизводимой ГЭТ 187-2016 Государственным первичным специальным эталоном единиц энергии, распределения плотности энергии, длительности импульса и длины волны лазерного излучения, и «длина», воспроизводимой ГЭТ 2-2021 Государственным первичным эталоном единицы длины – метра согласно локальной поверочной схеме для средств измерений волновых чисел линий комбинационного рассеяния света, относительных интенсивностей линий комбинационного рассеяния света и флуоресценции, приведенной в приложении А (далее по тексту – ЛПС).

Поверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение			
	RL532	RL638	RL785	RL1064
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см ⁻¹	от 200 до 3000	от 380 до 3000	от 200 до 2300	от 200 до 1800
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волновых чисел, см ⁻¹	± 2,5	± 2,5	± 3,5	± 4,0

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

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик средства измерений. Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение абсолютной погрешности измерений волновых чисел	Да	Да	10
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 плюс 15 до плюс 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа от 97 до 105.

Примечание - При невозможности обеспечить условия п. 3.1 поверку проводят в фактических условиях эксплуатации. При этом условия, при которых проводят поверку на месте эксплуатации, не должны выходить за пределы условий эксплуатации спектрометра и средств поверки, указанных в эксплуатационной документации.

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 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

Операции поверки, требующие 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 плюс 15 °С до плюс 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,2$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 80 % с абсолютной погрешностью ± 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106 кПа с абсолютной погрешностью $\pm 0,3$ кПа.	Измеритель параметров микроклимата «МЕТЕОСКОП-М», рег. № 32014-11
п. 10 Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение абсолютной погрешности измерений волновых чисел	Рабочие эталоны не ниже 2-го разряда согласно ЛПС. Диапазон аттестованных значений волновых чисел: для модификации RL532 от 200 до 3000 см ⁻¹ ; для модификации RL638 от 380 до 3000 см ⁻¹ ; для модификации RL785 от 200 до 2300 см ⁻¹ ; для модификации RL1064 от 200 до 1800 см ⁻¹ . Допускаемое значение абсолютной погрешности аттестованного значения волновых чисел не более 1,0 см ^{-1 1)}	ГСО 12886-2025 Стандартный образец характеристик спектра комбинационного рассеяния света циклогексана; ГСО 12942-2025 Стандартный образец состава серы; ГСО 12943-2025 Стандартный образец характеристик спектра комбинационного рассеяния света полистирола
	Вспомогательное оборудование: виалы для сыпучих и жидких материалов ²⁾ ; насадки № 2 и № 3 из комплекта поставки спектрометра ³⁾	Виалы для сыпучих и жидких материалов, совместимые со спектрометром; Насадки № 2 и № 3 из комплекта поставки спектрометра

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⁾ далее по тексту – стандартный образец. Для поверки допускается использование одного или нескольких стандартных образцов, обеспечивающих проведение измерений значений

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<p>волновых чисел в диапазоне измерений поверяемого спектрометра; ²⁾ предоставляются заказчиком; ³⁾ предоставляются заказчиком. Вид используемой насадки зависит от агрегатного состояния используемого для поверки стандартного образца. Далее по тексту – насадка.</p>		

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, указанными 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 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 серийного 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 серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка к поверке.

8.1.1 Проверить соответствие условий окружающей среды условиям, указанным в п. 3.1, с помощью средств измерений температуры окружающей среды, влажности, давления, указанных в таблице 3.

8.1.2 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.1.3 Запустить программное обеспечение (далее – ПО) спектрометра. Для спектрометров при наличии или отсутствии функции охлаждения детектора и лазера используются различные ПО:

- при отсутствии у спектрометра функции охлаждения детектора и лазера используется ПО EnSpectr;

- при наличии у спектрометра функции охлаждения детектора и лазера используется ПО PhotSpec.

8.1.3.1 После запуска ПО EnSpectr при отсутствии сообщений об ошибках спектрометр готов к работе.

8.1.3.2 После запуска ПО PhotSpec необходимо убедиться, что спектрометр подключен к компьютеру с ПО. Если спектрометр подключен к компьютеру с ПО справа в окне ПО будет надпись «Connected» зеленым цветом, в случае отсутствия подключения будет надпись «Disconnected» красным цветом. Для подключения спектрометра к компьютеру с ПО необходимо нажать кнопку «Connect» (рисунок 1).

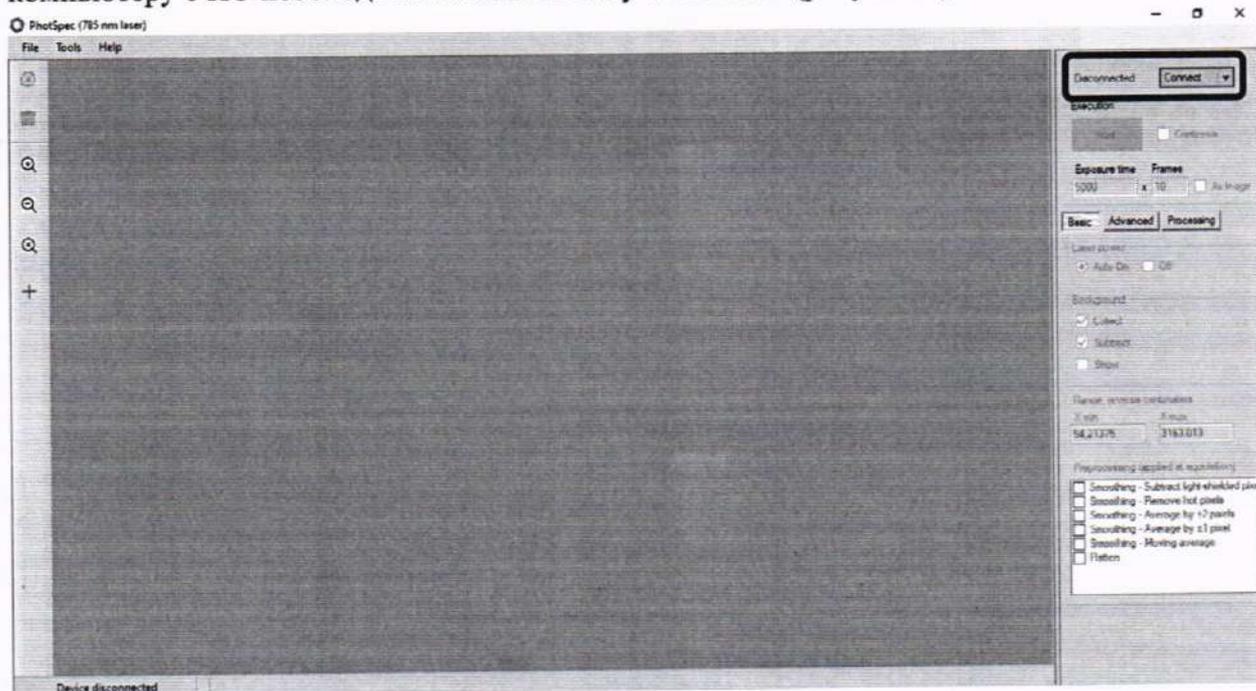


Рисунок 1 – Визуализация п. 8.1.3.2

8.2 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

– спектрометр вышел на рабочий режим в полном соответствии с РЭ, сообщения об ошибках отсутствуют.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Спектрометр имеет ПО, установленное на персональном компьютере.

9.1.1 Проверка наименования и версии ПО EnSpectr:

- наименование и версия ПО EnSpectr располагается в верхней строке окна ПО (рисунок 2).

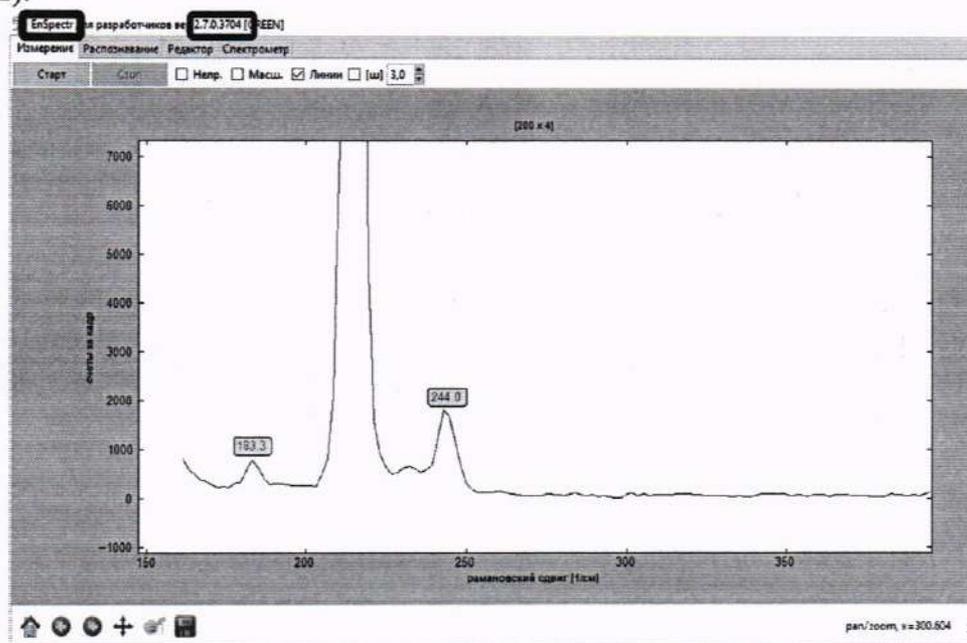


Рисунок 2 – Проверка наименования и версии ПО EnSpectr

9.1.2 Проверка наименования и версии ПО PhotSpec:

- наименование ПО располагается в верхней строке окна ПО. Проверка версии ПО осуществляется путем нажатия в меню ПО кнопки «Help»→«About». В открывшемся окне будут отображены идентификационные данные ПО (рисунок 3).

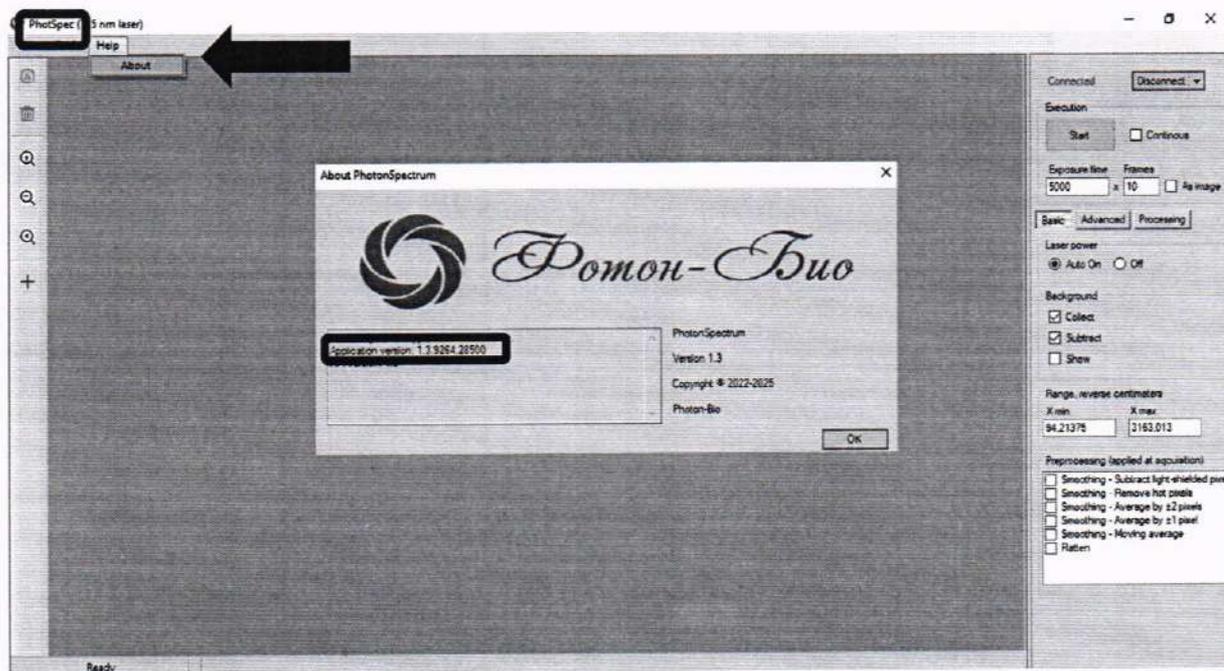


Рисунок 3 – Проверка наименования и версии ПО PhotSpec

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

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение			
	RL532	RL638	RL785	RL1064
Идентификационное наименование ПО: - при отсутствии у спектрометра функции охлаждения детектора и лазера; - при наличии у спектрометра функции охлаждения детектора и лазера	EnSpectr PhotSpec	EnSpectr PhotSpec	EnSpectr PhotSpec	EnSpectr PhotSpec
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже: - EnSpectr - PhotSpec	2.7.0.3704 1.3.9264.28500			
Цифровой идентификатор ПО	-			

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

Подготовить стандартные образцы с аттестованными значениями волновых чисел, соответствующие диапазону измерений поверяемого спектрометра. Диапазон аттестованных значений волновых чисел:

- для модификации RL532 от 200 до 3000 см⁻¹;
- для модификации RL638 от 380 до 3000 см⁻¹;
- для модификации RL785 от 200 до 2300 см⁻¹;
- для модификации RL1064 от 200 до 1800 см⁻¹.

Для измерений волновых чисел в стандартных образцах, представляющих собой жидкость или сыпучий материал (ГСО 12886-2025, ГСО 12942-2025), рекомендуется использовать виалы для сыпучих и жидких материалов и насадку № 3 из комплекта поставки спектрометра.

Для проведения измерений значений волновых чисел стандартного образца, представляющего собой твердое вещество небольшого размера (ГСО 12943-2025), рекомендуется использовать насадку № 2 из комплекта поставки спектрометра.

10.1 Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение абсолютной погрешности измерений волновых чисел с применением ПО EnSpectr

10.1.1 Разместить стандартный образец в соответствующей насадке спектрометра.

10.1.2 На вкладке «Измерение» – «Спектр» установить галочку в окошке «Авто». Запустить измерение кнопкой «Старт». Прибор сначала измеряет темновой спектр при выключенном лазере, затем – рамановский спектр при включенном лазере. Рамановский спектр выводится на экран ПК. Для показа на экране положений максимумов рамановских линий поставить галочку в окошке «Линии» (рисунок 4).

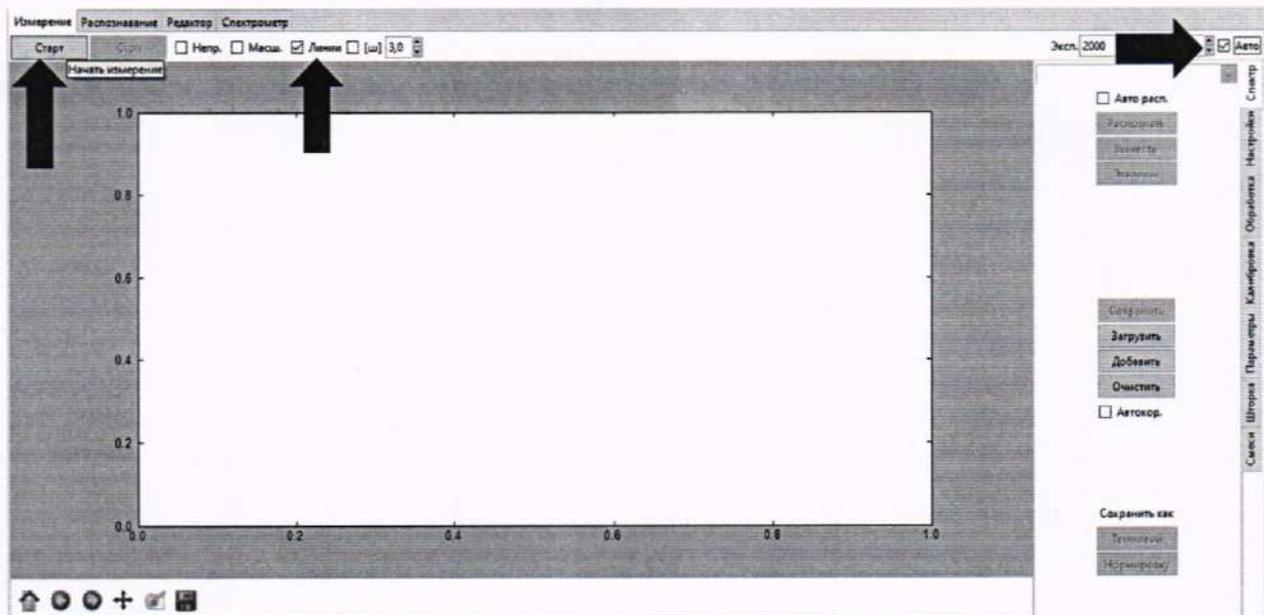


Рисунок 4 – Визуализация п. 10.1.2

10.1.3 Определить значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра стандартного образца, находящихся в спектральном диапазоне измерений спектрометра. Для удобства идентификации линий возможно использовать кнопки уменьшения и увеличения измеренного спектра стандартного образца, расположенные внизу окна ПО (рисунок 5).

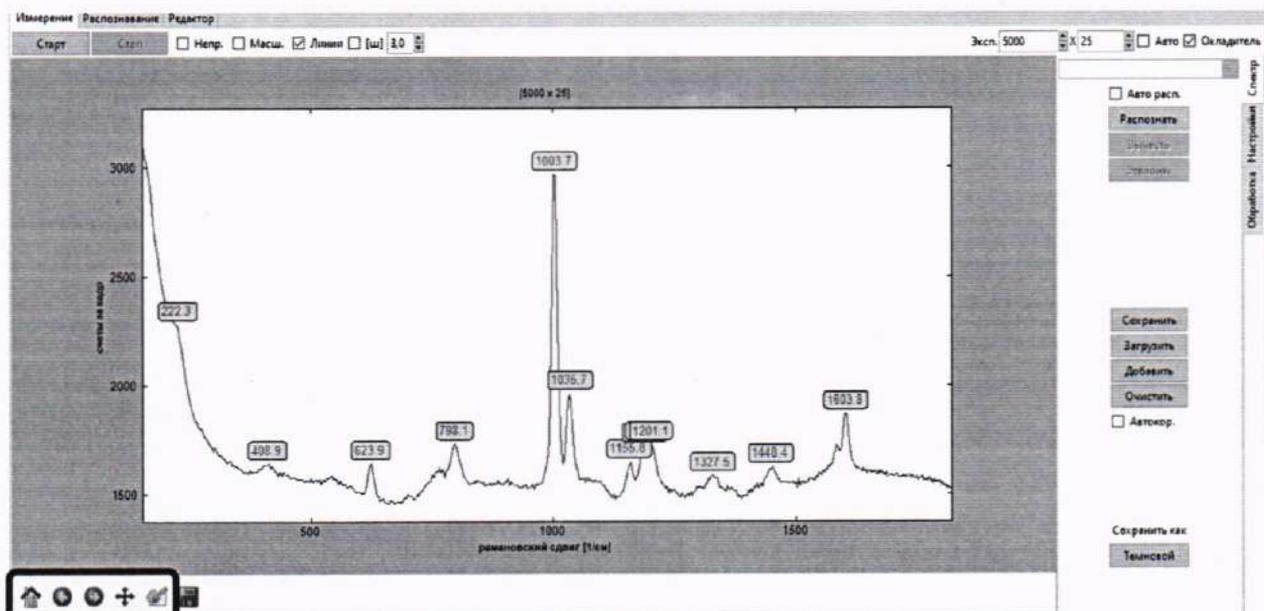


Рисунок 5 - Визуализация п. 10.1.3

10.1.4 Записать измеренные значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра стандартного образца в протокол поверки.

10.1.5 Повторить п. 10.1.2 – п. 10.1.3 еще четыре раза.

10.2 Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение абсолютной погрешности измерений волновых чисел с применением ПО PhotSpec

10.2.1 Разместить стандартный образец в соответствующей насадке спектрометра.

10.2.2 В меню ПО в графе «Exposure time» установить время экспозиции «5000», в графе «Frames» установить количество повторений «10» (рекомендуется для ГСО 12886-2025, ГСО 12943-2025). При получении значений интенсивности сигнала свыше 60000 необходимо уменьшить время экспозиции (для ГСО 12942-2025 рекомендуется установить в графе «Exposure time» значение времени экспозиции «500»). Для начала проведения измерений нажать кнопку «Start» (рисунок 6).

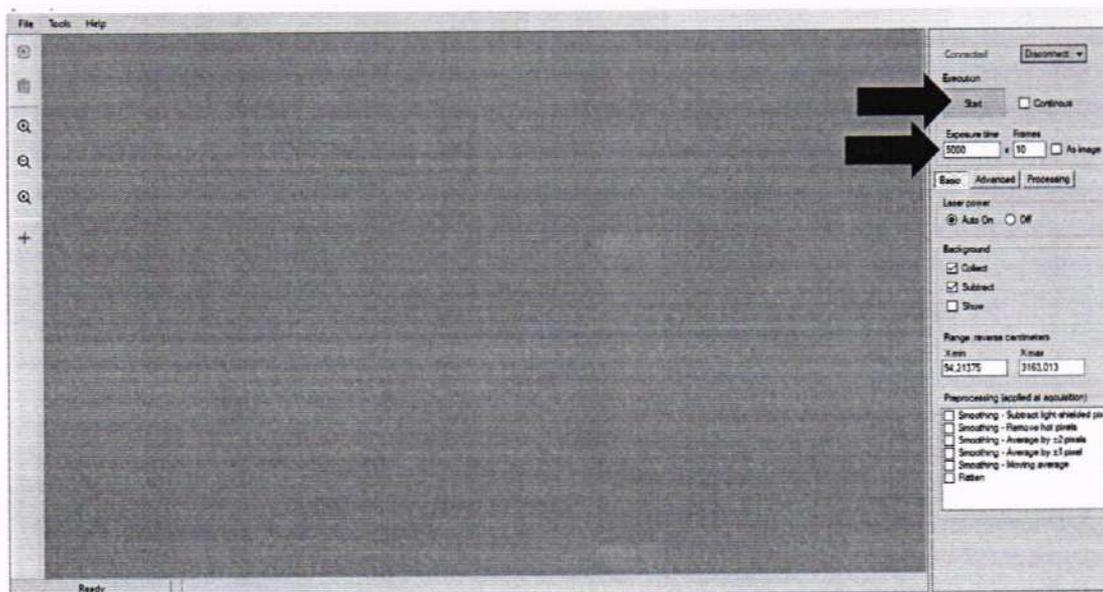


Рисунок 6 - Визуализация п. 10.2.2

10.2.3 Определить значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра стандартного образца, находящихся в спектральном диапазоне измерений спектрометра. Для удобства идентификации линий возможно использовать кнопки уменьшения и увеличения измеренного спектра стандартного образца, расположенные слева окна ПО и курсор мыши ПК (рисунок 7).

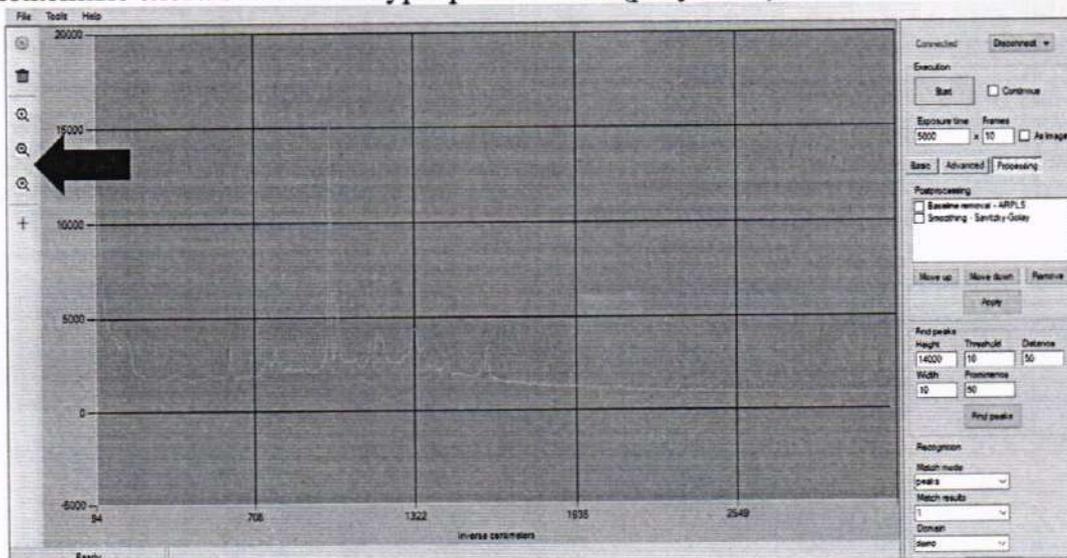


Рисунок 7 - Визуализация п. 10.2.3

10.2.4 Записать измеренные значения волновых чисел по положениям максимума пиков рамановского спектра стандартного образца в протокол поверки.

10.2.5 Повторить п. 10.2.2 – п. 10.2.3 еще четыре раза.

10.3 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 абсолютной погрешности Δ_i каждой серии измерений волновых чисел по формуле

$$\Delta_i = \bar{\nu}_i - \nu_i^o \quad (2)$$

где ν_i^o – значение положения максимумов пиков линий рамановского спектра для стандартного образца, в соответствии с паспортом стандартного образца утвержденного типа.

11.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если:

- спектральный диапазон измерений волновых чисел составляет:

для модификации RL532 от 200 до 3000 см^{-1} ;

для модификации RL638 от 380 до 3000 см^{-1} ;

для модификации RL785 от 200 до 2300 см^{-1} ;

для модификации RL1064 от 200 до 1800 см^{-1} ;

- значение наибольшей из рассчитанной по п. 11.2 абсолютной погрешности измерений волновых чисел в этом диапазоне не превышает:

для модификации RL532 $\pm 2,5 \text{ см}^{-1}$;

для модификации RL638 $\pm 2,5 \text{ см}^{-1}$;

для модификации RL785 $\pm 3,5 \text{ см}^{-1}$;

для модификации RL1064 $\pm 4,0 \text{ см}^{-1}$.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 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 спектрометры не предусмотрено.

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 отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.4 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4



Иванов А.В.

Грязских Н.Ю.

Полунина Е.П.

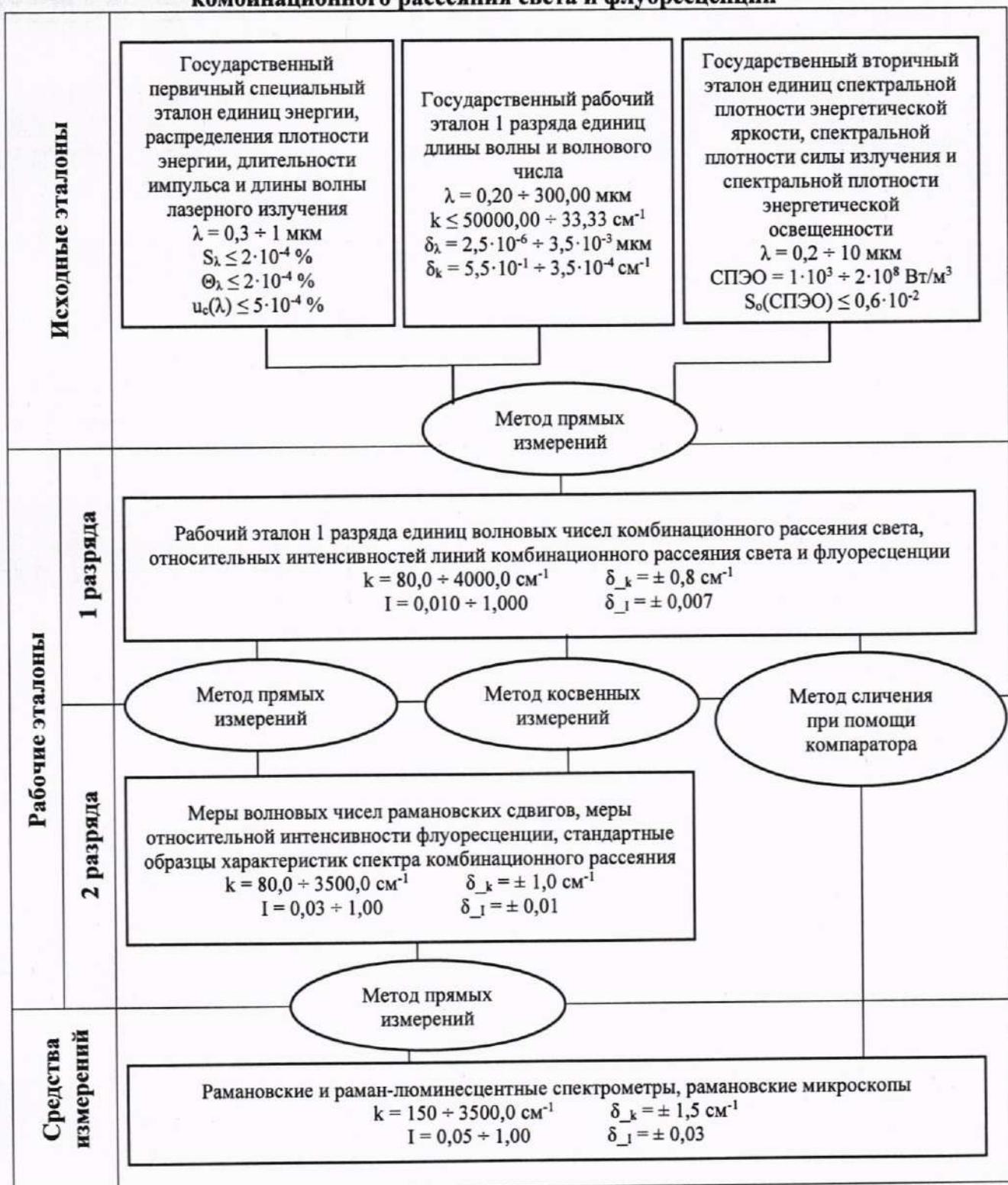
ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

к Методике поверки № МП 034.Д4-25

«ГСИ. Спектрометры рамановские портативные. Методика поверки»

Локальная поверочная схема для средств измерений волновых чисел линий комбинационного рассеяния света, относительных интенсивностей линий комбинационного рассеяния света и флуоресценции



ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

к Методике поверки № МП 034.Д4-25

«ГСИ. Спектрометры рамановские портативные. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКИ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ

Спектрометр рамановский портативный, модификация

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

Серийный номер:

Год выпуска:

Изготовитель

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

Место проведения поверки:

Применяемая методика поверки:

МП 034.Д4-25 «ГСИ. Спектрометры рамановские портативные. Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С:

- относительная влажность воздуха, %:

- атмосферное давление, кПа:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Подготовка к поверке и опробование средства измерений:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Полученные результаты определения метрологических характеристик:

Таблица Б.1 – Таблица измерений

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

Таблица Б.2 – Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Требования описания типа	Результат (соответствие)
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см ⁻¹		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волновых чисел, см ⁻¹		

5 Заключение по результатам поверки:

по результатам поверки средство измерений Спектрометр рамановский портативный, модификация _____ серийный № _____ соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению

Начальник отдела:

Дата поверки:

Подпись

Фамилия И.О.

Поверитель:

Подпись

Фамилия И.О.