

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям  
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов  
«26» февраля 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры комбинационного рассеяния  
LabRAM HR Evolution, XploRA Plus**

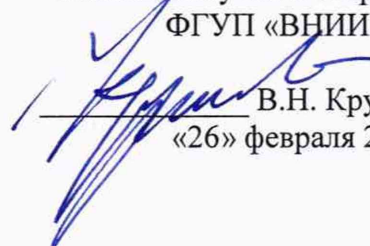
**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 018.Д4-20**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»



С.Н. Негода  
«26» февраля 2020 г.

Главный научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Н. Крутиков  
«26» февраля 2020 г.

Москва  
2020 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM HR Evolution, XploRA Plus (далее – спектрометры), предназначенные для измерений содержания различных органических и неорганических веществ в твердых и жидких образцах по спектрам комбинационного рассеяния, а также для химического анализа поверхности твердых образцов в соответствии с аттестованными методами (методиками) измерений (при использовании в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений), и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками 1 год.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики спектрометров комбинационного рассеяния LabRAM HR Evolution, XploRA Plus

Наименование характеристики	Значение	
	LabRAM HR Evolution	XploRA Plus
Спектральный диапазон, см <sup>-1</sup>	от 380 до 2940	
Пределы допускаемой относительной погрешности шкалы волновых чисел, %	± 0,5	
Спектральное разрешение, см <sup>-1</sup> , не более	6,0	

## 2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции при проведении первичной и периодической поверок

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона и расчет относительной погрешности шкалы волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Определение спектрального разрешения	8.4.2	Да	Да

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

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.



### 3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1 – 8.4.2	ГСО 8581-2004 Стандартный образец плотности жидкости (РЭП-3) (далее – стандартный образец циклогексана) Стандартный образец представляет собой циклогексан по ГОСТ 14198-78 с плотностью при температуре $(20,00 \pm 0,01) ^\circ\text{C}$ от 772,2 до 787,2 $\text{кг/м}^3$ , границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения плотности циклогексана (при $P = 0,95$ ) $\pm 0,05$ %. Суммарная массовая доля примесей не более 0,2 %. Положение максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана и допустимые стандартные отклонения указаны в таблице 4 в соответствии с ГСССД 354-2019.

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

Таблица 4 - Положение максимумов пиков стандартного образца циклогексана согласно ГСССД 354-2019

№	Значение	
	Положение максимумов пиков линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана, $\text{см}^{-1}$	Допустимое стандартное отклонения, $\text{см}^{-1}$
1	384,1	$\pm 0,78$
2	426,3	$\pm 0,41$
3	801,3	$\pm 0,96$
4	1028,3	$\pm 0,45$
5	1157,6	$\pm 0,94$
6	1266,4	$\pm 0,58$
7	1444,4	$\pm 0,30$
8	2664,4	$\pm 0,42$
9	2852,9	$\pm 0,32$
10	2923,8	$\pm 0,36$
11	2938,3	$\pm 0,51$

### 4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации спектрометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

## **5 Требования безопасности**

5.1 Система электрического питания спектрометров должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи спектрометров.

5.2 При выполнении измерений должны соблюдаться требования руководства по эксплуатации спектрометров.

5.3 Помещение, в котором проводятся измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83

5.4 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

## **6 Условия поверки**

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %, .....от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа.....от 94 до 106

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров, вызывающих коррозию.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Перед началом работы со спектрометрами необходимо внимательно изучить руководство по эксплуатации.

7.2 Проверить наличие средств поверки согласно таблице 3, укомплектованность его документацией и необходимыми элементами.

7.3 Выдержать спектрометр в условиях, указанных в п.6.1 настоящей методики поверки один час.

## **8 Проведение поверки**

### **8.1 Внешний осмотр**

8.1.1 Внешним осмотром спектрометров должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрометров;
- соответствие комплектности спектрометров требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометров повреждений, влияющих на их работоспособность.

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

### **8.2 Опробование**

8.2.1 Подключите питание спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации.


8.2.2 Запустить программное обеспечение «LabSpec» (ПО), два раза кликнув по ярлыку ПО на рабочем столе компьютера.

8.2.3 Спектрометры считаются прошедшими опробование, если включение спектрометра прошло успешно, при запуске ПО не выдает ошибки.



### 8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрометры.

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрометров необходимо в главном окне нажать  зайти во вкладку «About LabSpec». После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 1).

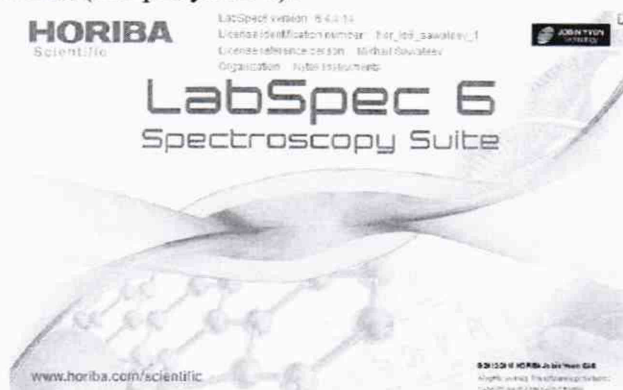


Рисунок 1

8.3.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSpec
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

### 8.4 Определение метрологических характеристик

#### 8.4.1 Определение спектрального диапазона и расчет относительной погрешности шкалы волновых чисел

8.4.1.1 Стандартный образец циклогексана ГСО 8581-2004 помещают на предметный столик спектрометра в закрытой таре из прозрачного стекла, габаритные размеры которой позволяют поместить ее на предметный столик спектрометра. Проводят измерение спектра комбинационного рассеяния стандартного образца циклогексана.

Для этого в правой части рабочего окна ПО «LabSpec» во вкладке «Acquisition» устанавливают диапазон, в котором проводятся измерения от 300 до 3000  $\text{см}^{-1}$ . Время измерения и мощность лазера устанавливают таким образом, чтобы пик 2852,9  $\text{см}^{-1}$  был четко обозначен (см. рисунок 2).

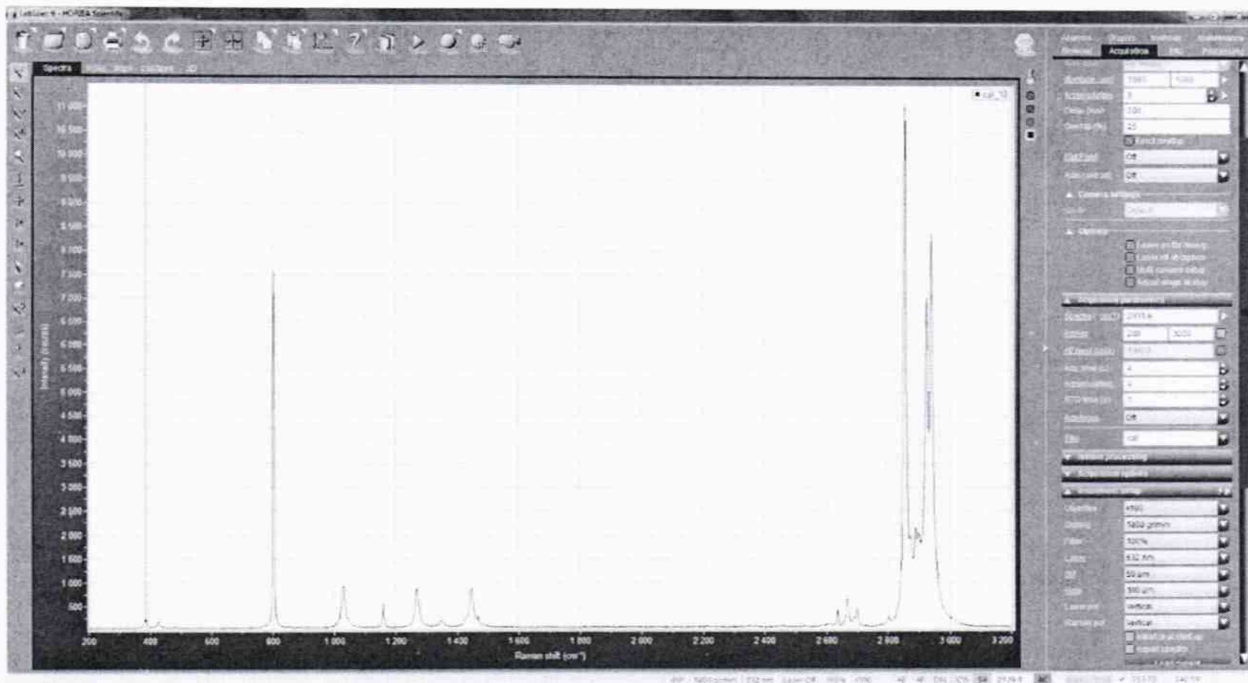



Рисунок 2 – Рабочее окно ПО «LabSpec»

8.4.1.2 Для запуска измерения нажимают  и определяют положения максимумов пиков линий рамановского спектра ГСО 8581-2004 для циклогексана, указанные в таблице 4, по полученному спектру стандартного образца циклогексана (см. рисунок 3).

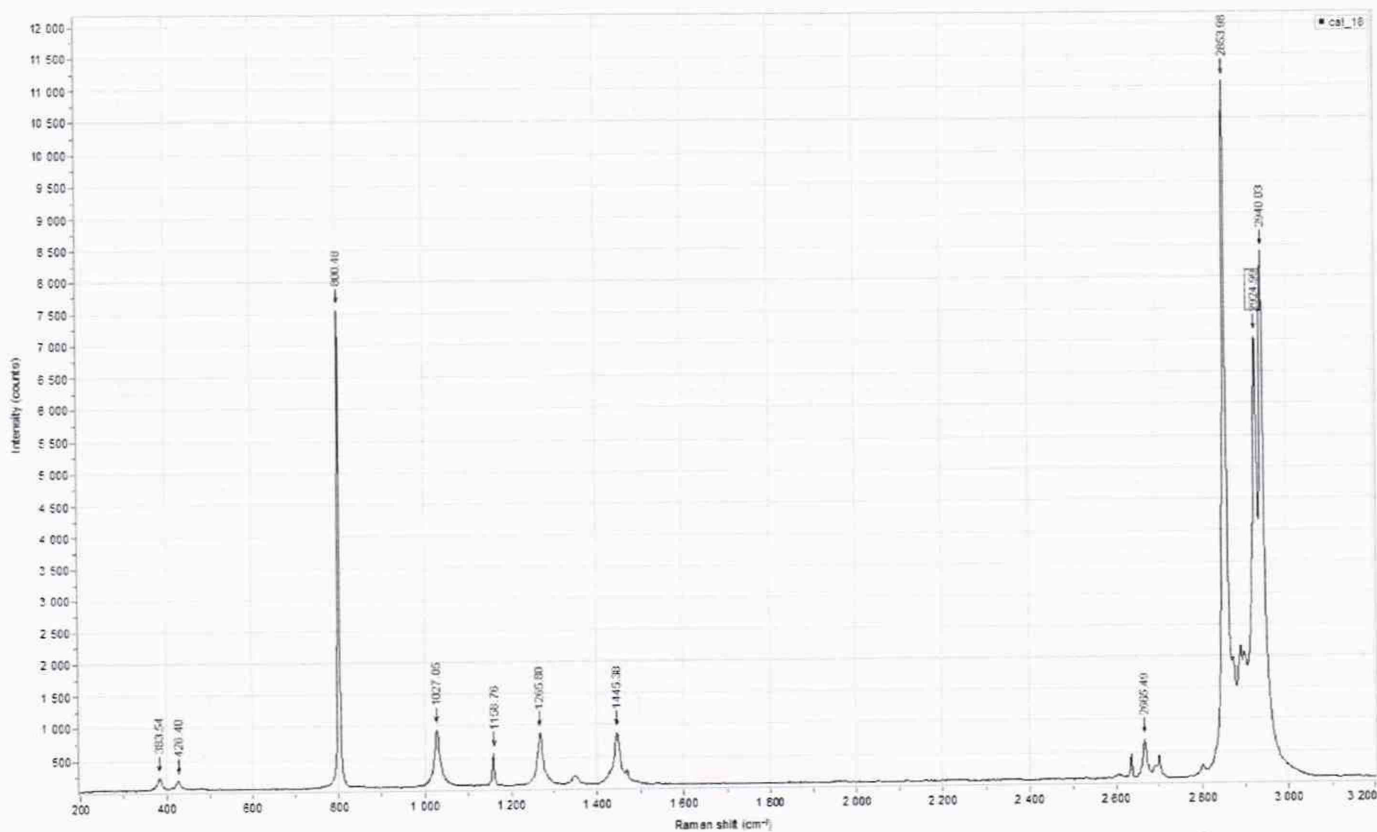


Рисунок 3 - Спектр стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004

8.4.1.3 Повторить измерение спектрального диапазона 5 раз в соответствии с пп. 8.4.1.1 – 8.4.1.2.

8.4.1.4 Рассчитать среднее арифметическое значение каждого волнового числа  $\bar{\nu}_i$ ,  $\text{см}^{-1}$ , по формуле (1):

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

где  $\nu_i^j$  – значения волнового числа,  $\text{см}^{-1}$ , соответствующее положению максимума  $i$ -го пика рамановского спектра при  $j$ -м измерении;

$n$  – число измерений, равное 5.

8.4.1.5 Рассчитать среднее квадратическое отклонение среднего арифметического каждой серии измерений волновых чисел  $S_x$ ,  $\text{см}^{-1}$ , по формуле (2):

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{j=n} (\nu_i^j - \bar{\nu}_i)^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

8.4.1.6 Рассчитать значение случайной погрешности  $\varepsilon$ ,  $\text{см}^{-1}$ , каждой серии измерений волновых чисел по формуле (3):

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

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

8.4.1.7 Рассчитать значение среднего квадратического отклонения неисключенной систематической погрешности  $S_\theta$ ,  $\text{см}^{-1}$ , каждой серии измерений по формуле (4):

$$S_\theta = \frac{\theta_\Sigma}{\sqrt{3}} \quad (4)$$

где  $\theta_\Sigma$  – допустимое отклонение опорных значений волновых чисел,  $\text{см}^{-1}$ , указанное в таблице 4 для каждого максимума пика линий рамановского спектра стандартного образца циклогексана.

8.4.1.8 Рассчитать значение суммарного среднего квадратического отклонения  $S_\Sigma$ ,  $\text{см}^{-1}$ , каждой серии измерений волновых чисел по формуле (5):

$$S_\Sigma = \sqrt{S_\theta^2 + S_x^2} \quad (5)$$

8.4.1.9 Рассчитать значение относительной погрешности шкалы волновых чисел  $\Delta_{\text{отн}}$ , %, каждой серии измерений волновых чисел по формуле (6) и выбрать среди них наибольшее.

$$\Delta_{\text{отн}} = \frac{K \cdot S_\Sigma}{\bar{\nu}_i} \cdot 100, \quad (6)$$

где  $K$  – коэффициент, который рассчитывается по формуле (7):

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_\Sigma}{S_x + S_\theta} \quad (7)$$

8.4.1.10 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон по шкале волновых чисел составляет от 380 до 2940  $\text{см}^{-1}$ , а относительная погрешность шкалы волновых чисел не превышает  $\pm 0,5$  %.

## 8.4.2 Определение спектрального разрешения

Спектральное разрешение определяется путем измерения ширины на полувисоте линии 801,3  $\text{см}^{-1}$  рамановского спектра стандартного образца циклогексана ГСО 8581-2004.



8.4.2.1 В правой части рабочего окна ПО «LabSpec» во вкладке «Acquisition» устанавливают спектральный диапазон от 780,0 до 820,0  $\text{см}^{-1}$ . Произвести измерение установленного спектрального диапазона 5 (пять) раз и вычислить среднее значение ширины на полувысоте линии 801,3  $\text{см}^{-1}$  (см. рисунок 4).

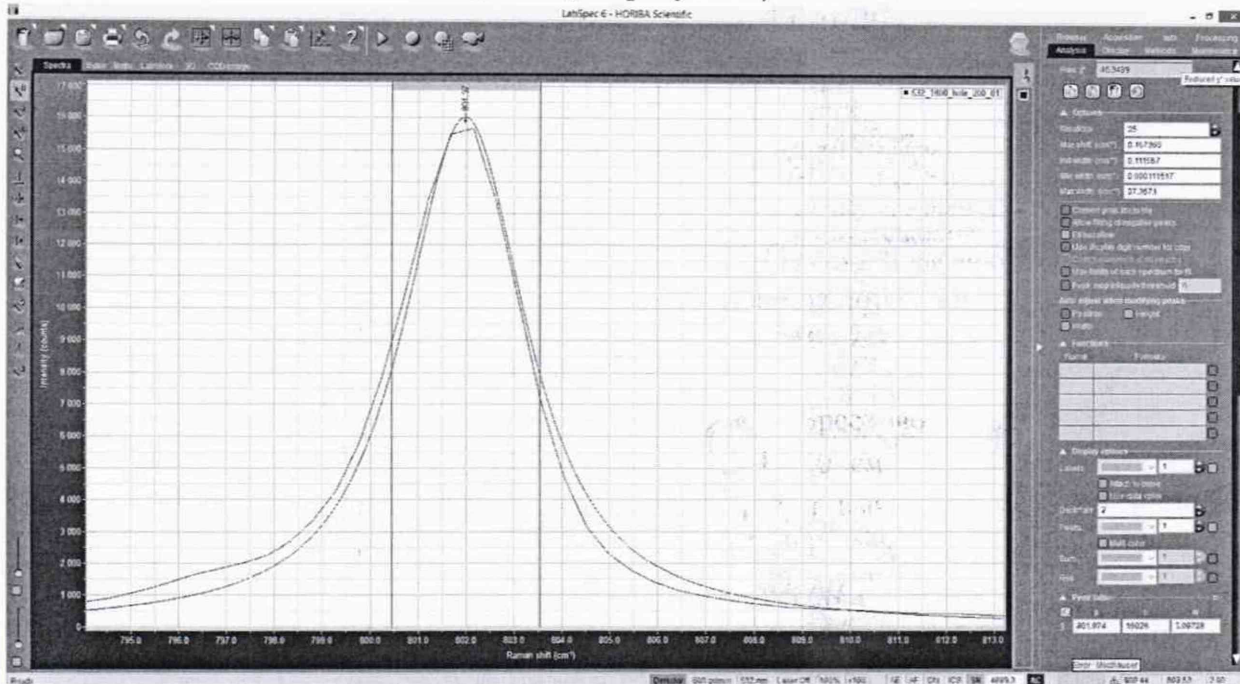


Рисунок 4

8.4.2.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученное значение спектрального разрешения не превышает 6,0  $\text{см}^{-1}$ .

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки на корпус спектрометра согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. На них выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

А.Н. Шобина

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»

В.А. Кормилицына



**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(Обязательное)  
к Методике поверки МП 018.Д4-20  
«ГСИ. Спектрометры комбинационного рассеяния  
LabRAM HR Evolution, XploRA Plus. Методика поверки»

**ПРОТОКОЛ**

**первичной / периодической поверки**

**от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_ года**

**Средство измерений:** Спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM HR Evolution,  
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

XploRA Plus

\_\_\_\_\_ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

**Зав.№** \_\_\_\_\_ **№/№** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ Заводские номера блоков

**Принадлежащее** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ Наименование юридического лица, ИНН

**Поверено в соответствии с методикой поверки МП 018.Д4-20 «Спектрометры комбинационного рассеяния LabRAM HR Evolution, XploRA Plus Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 26 февраля 2020 года.**

\_\_\_\_\_ Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

**С применением эталонов** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ (наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

**При следующих значениях влияющих факторов:**

\_\_\_\_\_ (приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

**Внешний осмотр:** \_\_\_\_\_

**Опробование:** \_\_\_\_\_

**Проверка идентификации программного обеспечения:**

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSpec
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Спектральный диапазон, см <sup>-1</sup>		от 380 до 2940
Пределы допускаемой относительной погрешности шкалы волновых чисел, %		± 0,5
Спектральное разрешение, см <sup>-1</sup> , не более		6

**Рекомендации** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность