

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

2024 г.

**«ГСИ. Спектрометры комбинационного рассеяния света
портативные Sintecon RAM6000.
Методика поверки»**

МП 42-241-2024

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в мае 2024 г.

Содержание

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операций поверки средства измерений	5
4	Требования к условиям проведения поверки	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	8
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	9
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	10
13	Оформление результатов поверки.....	11

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры комбинационного рассеяния света портативные Sintecon RAM6000 Методика поверки	МП 42-241-2024
--	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры комбинационного рассеяния света портативные Sintecon RAM6000 (далее – спектрометры), выпускаемые «Optosky (Xiamen) Photonic INC.», Китай.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к государственному первичному эталону единицы длины – метра ГЭТ 2-2021 посредством стандартных справочных данных о физических константах и свойствах веществ и материалов ГСССД 354-2019 «Максимумы пиков рамановского спектра ацетамидофенола, 1,4бис(2-метилстирил)бензола, бензонитрила, нафталина, полистирола, серы, смеси толуола и ацетонитрилаи циклогексана», утвержденных Приказом Росстандарта № 1707 от 23.07.2019 «Об утверждении стандартных справочных данных значений физических констант и показателей свойств веществ и материалов» и стандартного образца плотности жидкости (РЭП-3) ГСО 8581-2004; а также согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта № 2840 от 29.12.2018 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм» с изменением, утвержденным Приказом Росстандарта № 2018 от 15.08.2022 «О внесении изменений в Государственную поверочную схему для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденную приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 г. № 2840».

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений.

1.4 В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации	
	Sintecon RAM6000-785	Sintecon RAM6000-1064
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см^{-1}	от 380 до 2940	от 380 до 1605
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волновых чисел, см^{-1}	± 10	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы следующие ссылки:

Приказ Минпромторга России №2510 от 31.07.2020 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приказ Минпромторга России № 2906 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Приказ Минтруда России № 903н от 15.12.2020 г. «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта № 2840 от 29.12.2018 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм»;

Приказ Росстандарта № 2018 от 15.08.2022 «О внесении изменений в Государственную поверочную схему для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденную приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 г. № 2840»

Приказ Росстандарта № 1707 от 23.07.2019 г. «Об утверждении стандартных справочных данных значений физических констант и показателей свойств веществ и материалов»

ГСССД 354-2019 «Максимумы пиков рамановского спектра ацетамидофенола, 1,4бис(2-метилстирил) бензола, бензонитрила, нафталина, полистирола, серы, смеси толуола и ацетонитрилаи циклогексана»

ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке спектрометров 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	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений: - с помощью меры волнового числа; - с помощью циклогексана.	да	нет	11.1
	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

4.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать вибрация и сильные потоки воздуха, мешающие нормальной работе спектрометров.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 1 °С, относительной влажности $\pm 2,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 № 2840: спектральный диапазон по шкале волновых чисел от 3100 до 537 см ⁻¹ ; пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания $\pm 0,5$ см ⁻¹ .	Мера волнового числа МВЧ-001, рег № 67321-17
	Стандартные образцы плотности жидкости с характеристиками: интервал допускаемых аттестованных значений плотности от 772,2 до 787,2 кг/м ³ при температуре (20,00 $\pm$ 0,01) °С, допускаемое значение расширенной неопределенности 0,05 кг/м ³ при k=2	Стандартный образец плотности жидкости (РЭП-3) ГСО 8581-2004

6.2. Эталоны, применяемые для поверки, должны быть аттестованы, средства измерений должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0.

7.2 Поверитель перед проведением поверки должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре должны быть установлены:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;

- соответствие комплектности спектрометра, указанной в руководстве по эксплуатации;
- отсутствие видимых повреждений и дефектов, ухудшающих внешний вид спектрометра и препятствующих его применению;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить питание спектрометра, после появления окна входа в систему ввести имя пользователя и пароль и нажать на кнопку «Login» для перехода к окну анализа.

В случае успешного входа в систему на сенсорном экране появится интерфейс с настройками спектрометра. Установить необходимые предварительные настройки спектрометра в соответствии с РЭ.

В случае появления сообщений об ошибках необходимо их устранить в соответствии с процедурами, описанными в РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Идентификационное наименование и номер версии встроенного ПО отображаются на экране при включении.

Проверку идентификационных данных автономного ПО осуществляют в следующем порядке:

- в главном окне программы выбрать значок «Настройки»;
- выбрать раздел «System Info»
- в разделе «Software version» указан номер версии программного обеспечения.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	Handheld Raman ¹⁾	PharmID ²⁾
Номер версии (идентификационный номер) ПО ³⁾	3.X.X ³⁾	1.X.X ³⁾
Цифровой идентификатор ПО	–	–

¹⁾ Используется в случае, если не требуется применять дополнительную возможность по оформлению протоколов, соответствующих GLP.
²⁾ Используется в случае, если требуется применять дополнительную возможность по оформлению протоколов, соответствующих GLP.
³⁾ X – цифра от 0 до 9.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение метрологических характеристик средства измерений с помощью меры волнового числа

11.1.1 Мету волнового числа расположить на измерительном адаптере для анализа твердых образцов или порошков, расположенном на боковой панели спектрометра. Нажать кнопку «Detect» или на кнопку запуска сканирования в боковой части спектрометра для запуска сканирования спектра.

11.1.2 Получить не менее трех спектров комбинационного рассеяния меры волнового числа.

11.1.3 Определить максимумы пиков линий рамановского спектра меры волнового числа (полистирола). Характерный вид рамановского спектра полистирола представлен на рисунке 1.

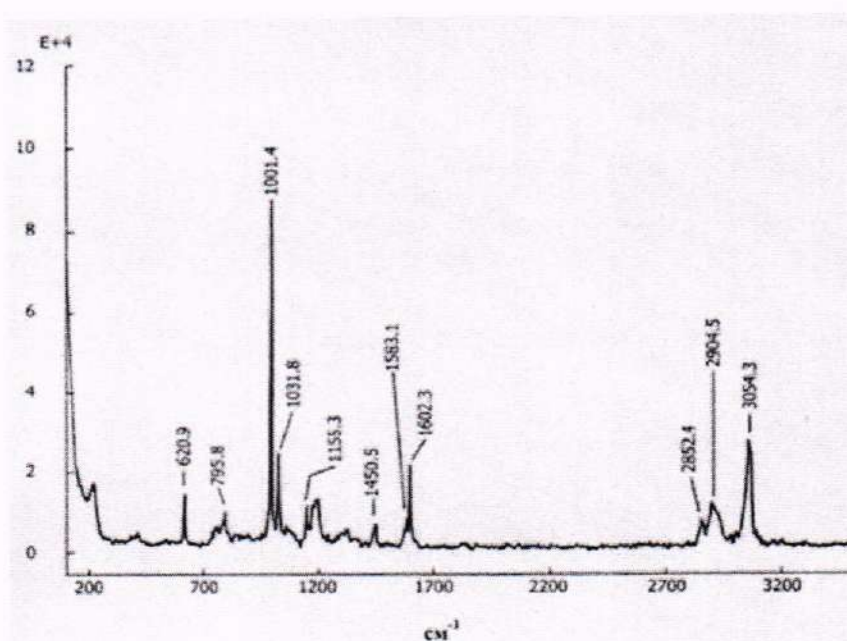


Рисунок 1 – Характерный вид рамановского спектра полистирола согласно

ГСССД 354-2019

11.2 Определение метрологических характеристик средства измерений с помощью циклогексана

11.2.1 ГСО 8581-2004, представляющий собой циклогексан, поместить в специальную виалу, входящую в комплект поставки спектрометра. Нажать кнопку «Detect» или на кнопку запуска сканирования в боковой части спектрометра для запуска сканирования спектра.

11.1.2 Получить не менее трех спектров комбинационного рассеяния циклогексана.

11.1.3 Определить максимумы пиков линий рамановского спектра циклогексана. Характерный вид рамановского спектра циклогексана представлен на рисунке 2.

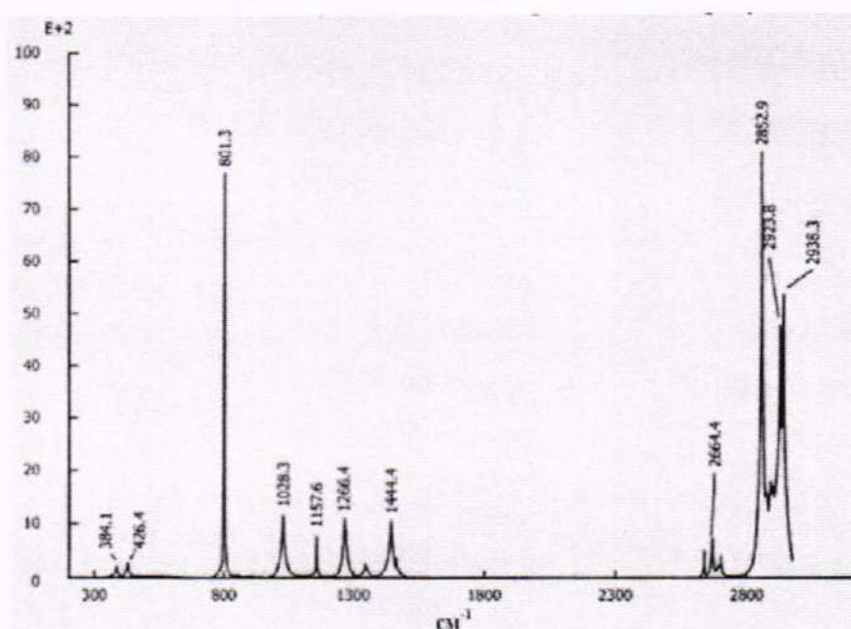


Рисунок 2 – Характерный вид рамановского спектра циклогексана согласно ГСССД 354-2019

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 На основании результатов, полученных по 11.1-11.2, рассчитать абсолютную погрешность измерений волновых чисел (Δ_j , cm^{-1}) для каждого j -го волнового числа по формуле

$$\Delta_j = \nu_{ij} - \nu_{0j}, \quad (1)$$

где ν_{ij} – i -ый результат измерений j -ого волнового числа, соответствующий максимуму спектральной линии, полученный на спектрометре, cm^{-1} ;

ν_{0j} – действительное значение j -ого волнового числа, cm^{-1} .

12.2 В качестве действительных значений волнового числа полистирола используют справочные данные по ГСССД 354 и данные из свидетельства о поверке МВЧ-001 согласно таблице 5.

Таблица 5 – Действительные значения волнового числа полистирола, используемые при поверке

Номинальное значение волнового числа, см^{-1}	Действительное значение волнового числа по ГСССД 354, см^{-1}	Действительное значение МВЧ-001, см^{-1}
621	620,9	-
1028	-	Свидетельство о поверке
1154	-	Свидетельство о поверке
1602	1602,3	-

12.3 В качестве действительных значений волнового числа циклогексана используют справочные данные по ГСССД 354 согласно таблице 6.

Таблица 6 – Действительные значения волнового числа циклогексана, используемые при поверке

Действительное значение волнового числа по ГСССД 354, см^{-1}	Допускаемое стандартное отклонение, см^{-1}
384,1	$\pm 0,78$
426,3	$\pm 0,41$
801,3	$\pm 0,96$
1028,3	$\pm 0,45$
1157,6	$\pm 0,94$
1266,4	$\pm 0,58$
1444,4	$\pm 0,30$
2664,4	$\pm 0,42$
2852,9	$\pm 0,32$
2923,8	$\pm 0,36$
2938,3	$\pm 0,51$

Полученные значения абсолютной погрешности и диапазон измерений волновых чисел должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометр и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодными к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 г № 2906.

13.6 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению спектрометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец