

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**Уральский научно-исследовательский институт метрологии -
филиал Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии**

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

02 "марта" 2022 г.

«ГСИ. ИК-Фурье-спектрометры Spectrum.

Методика поверки»

МП 131-251-2020

г. Екатеринбург

2022 г.

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: ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» А.С. Засухин.

3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в марте 2022 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	8
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	8
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	8
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10
13	Оформление результатов поверки	10

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на ИК-Фурье-спектрометры Spectrum (далее – спектрометры), выпускаемых фирмой «PerkinElmer Inc.», США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 Прослеживаемость при поверке спектрометров обеспечивается в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840, к государственному первичному эталону единицы длины – метра ГЭТ 2.

1.3 При определении абсолютной погрешности измерений волновых чисел поверяемого спектрометра используется метод прямых измерений с помощью мер волновых чисел).

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений.

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

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели								
	Spectrum 3 Optica FT-IR	Spectrum 3 FT-IR	Spectrum 3 FT-NIR	Spectrum 3 FT-IR / NIR	Spectrum 3 FT-IR / NIR ER	Spectrum 3 FT-IR / FIR	Spectrum 3 FT-IR / NIR / FIR	Spectrum Two FT-IR	Spectrum Two N FT-NIR
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Диапазон измерений волновых чисел, см ⁻¹	от 4 000 до 350	от 12 000 до 4 000	от 11 000 до 375	от 12 000 до 350	от 4 000 до 350	от 11 000 до 350	от 4 000 до 350	от 12 000 до 4 000	от 12 000 до 4 000
Диапазон показаний волновых чисел, см ⁻¹	от 8 300 до 350	от 14 700 до 2 000	от 11 000 до 375	от 14 700 до 350	от 8 300 до 30	от 11 000 до 30	от 8 300 до 350	от 14 700 до 2 000	от 14 700 до 2 000

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волновых чисел, см ⁻¹ , в поддиапазонах:									
- от 12 000 до 4 000 см ⁻¹ включ.	-		± 4	-	± 4	-	-	-	± 4
- от 11 000 до 4 000 см ⁻¹ включ.	-		-	± 4	-	-	± 4	-	-
- св. 4 000 до 350 см ⁻¹ включ.	± 1		-	-	± 1	± 1	± 1	± 1	-
- св. 4 000 до 375 см ⁻¹ включ.	-		-	± 1	-	-	-	-	-
Отношение сигнал/шум ¹⁾ , не менее, в поддиапазонах:									
- от 12 000 до 4 000 см ⁻¹ включ.	-		2000:1	-	2000:1	-	-	-	2000:1
- от 11 000 до 4 000 см ⁻¹ включ.	-		-	2000:1	-	-	2000:1	-	-
- св. 4 000 до 350 см ⁻¹ включ.	10000:1		-	-	10000:1	10000:1	10000:1	10000:1	-
- св. 4 000 до 375 см ⁻¹ включ.	-		-	10000:1	-	-	-	-	-
1) при сканировании в течение 1 мин и разрешении 4 см ⁻¹									

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от 1·10⁻⁹ до 100 м и длины волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм»;

– Приказ Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

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

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

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 Для поверки спектрометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке 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 средства измерений	да	да	9
Контроль условий поверки	да	да	9.1
Опробование	да	да	9.2
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик			11
Проверка абсолютной погрешности измерений волновых чисел	да	да	11.1
Проверка отношения сигнал/шум	да	да	11.2
Проверка диапазона измерений волновых чисел	да	нет	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 75

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

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 применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
п. 11 Определение метрологических характеристик	Эталон 2-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840: рабочий диапазон волнового числа от 3 100 до 537 см ⁻¹ ; номинальные значения воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания: (3 082 ± 10,0), (3 060 ± 10,0), (2 849 ± 10,0), (1 601 ± 10,0), (1 028 ± 10,0), (841 ± 10,0) см ⁻¹ ; пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания, ± 0,5 см ⁻¹ при P = 0,95	Мера волнового числа МВЧ-001, рег. № 67321-17
	Эталон 2-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840: спектральный диапазон от 12 000 до 4 000 см ⁻¹ ; номинальные значения характеристических полос поглощения: (10 245,6 ± 10,0), (9 294,1 ± 10,0), (8 179,4 ± 10,0), (7 313,8 ± 10,0), (6 805,3 ± 10,0), (5 138,5 ± 10,0) см ⁻¹ ; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения полос поглощения ± 0,5 см ⁻¹ при P = 0,95	Мера волновых чисел BRM 2065, рег. № 61340-17

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений – поверены.

6.3 Допускается использовать при поверке другие 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 требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки;
- 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, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Контроль условий поверки

9.1.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3. Результаты измерений температуры окружающей среды и относительной влажности должны соответствовать условиям по п. 4 настоящей методики поверки.

9.2 Опробование

9.2.1 Подготавливают поверяемый спектрометр в соответствии с РЭ.

9.2.2 Перед проведением процедур по определению метрологических характеристик выдерживают спектрометр не менее 40 мин в условиях, указанных в п. 4 настоящей методики поверки.

9.2.3 Средства поверки подготавливают в соответствии с их РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Spectrum IR
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 10.0.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений волновых чисел

11.1.1 Проверку абсолютной погрешности измерений волновых чисел проводят с помощью меры волнового числа МВЧ-001 и/или меры волновых чисел BRM 2065 по п. 6.1 в зависимости от поддиапазонов измерений волновых чисел поверяемого спектрометра.

11.1.2 Устанавливают следующие параметры регистрации спектров пропускания:

- время сканирования – 1 мин;
- разрешение – $4,0 \text{ см}^{-1}$;
- диапазон регистрации волновых чисел для моделей спектрометров в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Диапазон регистрации волновых чисел

Диапазон регистрации волновых чисел, см ⁻¹	Применяемый эталон (средство измерений)	Модель спектрометров
от 4 000 до 350	МВЧ-001	Spectrum 3 Optica FT-IR Spectrum 3 FT-IR Spectrum 3 FT-IR / NIR ER Spectrum 3 FT-IR / FIR Spectrum 3 FT-IR / NIR /FIR Spectrum Two FT-IR
от 4 000 до 375		Spectrum 3 FT-IR / NIR
от 12 000 до 4 000	BRM 2065	Spectrum 3 FT-NIR Spectrum 3 FT-IR / NIR ER
от 11 000 до 4 000		Spectrum 3 FT-IR / NIR Spectrum 3 FT-IR / NIR / FIR Spectrum Two FT-IR

11.1.3 Проводят регистрацию спектра пропускания меры. По шкале волновых чисел определяют положение максимумов в областях:

– $(3\,082 \pm 10,0)$, $(3\,060 \pm 10,0)$, $(2\,849 \pm 10,0)$, $(1\,601 \pm 10,0)$, $(1\,028 \pm 10,0)$, $(841 \pm 10,0)$, $(540 \pm 10,0)$ см⁻¹ при использовании меры волнового числа МВЧ-001;

– $(10\,245,6 \pm 10,0)$, $(9\,294,1 \pm 10,0)$, $(8\,179,4 \pm 10,0)$, $(7\,313,8 \pm 10,0)$, $(6\,805,3 \pm 10,0)$, $(5\,138,5 \pm 10,0)$ см⁻¹ при использовании меры волновых чисел BRM 2065.

11.1.4 При периодической поверке возможно проводить проверку абсолютной погрешности измерений волновых чисел в сокращенном объеме (на меньшем количестве поддиапазонов измерений) в соответствии с п. 3.3 настоящей методики поверки, если модель поверяемого спектрометра допускает наличие поддиапазонов измерений в соответствии с таблицей 1. В зависимости от поверяемого поддиапазона используются соответствующие средства поверки: мера волнового числа МВЧ-001 или мера волновых чисел BRM 2065.

11.2 Проверка отношения сигнал/шум

11.2.1 Проверку отношения сигнал/шум проводят на воздухе (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются) в зависимости от поддиапазонов измерений волновых чисел поверяемого спектрометра

11.2.2 Устанавливают следующие параметры регистрации спектров пропускания:

- время сканирования – 1 мин;
- разрешение – 4,0 см⁻¹;
- диапазон регистрации волновых чисел для моделей спектрометров в соответствии с таблицей 5.

11.2.3 Проводят регистрацию 100 %-ой линии пропускания.

11.2.4 Выделяют область спектра с помощью ПО спектрометра:

– от 2600 до 2500 см⁻¹ для спектрометров моделей Spectrum 3 Optica FT-IR, Spectrum 3 FT-IR, Spectrum 3 FT-IR / NIR, Spectrum 3 FT-IR / NIR ER, Spectrum 3 FT-IR / FIR, Spectrum 3 FT-IR / NIR / FIR, Spectrum Two FT-IR;

– от 6200 до 6000 см⁻¹ для спектрометров моделей Spectrum 3 FT-NIR, Spectrum 3 FT-IR / NIR, Spectrum 3 FT-IR / NIR ER, Spectrum 3 FT-IR / NIR / FIR, Spectrum Two FT-NIR.

11.2.5 Определяют с помощью ПО спектрометра максимальное и минимальное значение шумовой дорожки линии 100 %-го пропускания.

11.2.6 При периодической поверке возможно проводить проверку отношения сигнал/шум в сокращенном объеме (на меньшем количестве поддиапазонов измерений) в соответствии с п. 3.3 настоящей методики поверки, если модель поверяемого спектрометра допускает наличие поддиапазонов измерений в соответствии с таблицей 1. В зависимости от поверяемого поддиапазона используются соответствующие средства поверки: мера волнового числа МВЧ-001 или мера волновых чисел BRM 2065.

11.3 Проверка диапазона измерений волновых чисел

11.3.1 Проверку диапазона измерений волновых чисел проводят одновременно с проверкой абсолютной погрешности измерений волновых чисел по п. 11.1 настоящей методики поверки.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Абсолютную погрешность измерений волновых чисел рассчитывают по формуле

$$\Delta v_i = v_{ij} - v_{эti}, \quad (1)$$

где v_i – измеренное значение волнового числа i -го максимума меры, см^{-1} ;
 $v_{эti}$ – действительное значение волнового числа i -го максимума меры, см^{-1} .

Полученные значения абсолютной погрешности измерений волновых чисел по мерам волнового числа должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 Отношение сигнал/шум N рассчитывают по формуле

$$N = \frac{100}{\Delta_{\max} - \Delta_{\min}}, \quad (2)$$

где $\Delta_{\max}$ – максимальное значение шумовой дорожки линии 100 %-го пропускания, %;
 $\Delta_{\min}$ – минимальное значение шумовой дорожки линии 100 %-го пропускания, %.

Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если отношение сигнал/шум удовлетворяет требованиям, указанным в таблице 1.

12.3 За диапазон измерений волновых чисел принять диапазон, указанный в таблице 1, если полученные по формуле (1) значения удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

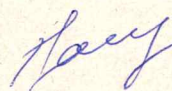
13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

Ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.С. Засухин