

Государственная система обеспечения единства измерений

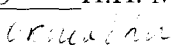
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»

Руководитель ГЦИ СИ

 Н.П. Муравская

« 2 »  2012

**ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЫ
TANGO-R**

**Методика поверки
МП 85.Д4-12**



Москва 2012 г

Настоящая методика распространяется на Фурье-спектрометры TANGO-R (далее по тексту Фурье-спектрометры), выпускаемые фирмой «Bruker Optik GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Фурье-спектрометры подлежат поверке в процессе эксплуатации и после ремонта.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Операции поверки проводятся метрологическими службами, аккредитованными в установленном порядке.

1.2 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1	Внешний осмотр	6.1.
2	Опробование Фурье-спектрометра	6.2
3	Проверка спектрального разрешения по парам воды атмосферы	6.3.1
4	Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне $(10300 \pm 5130) \text{ см}^{-1}$ (по мере для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065)	6.3.2
5	Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел при $7181,68 \text{ см}^{-1}$ (по парам воды атмосферы)	6.3.3

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны применяться средства, указанные в таблице 2.

2.2 Средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

2.3 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Таблица 2

№ пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3.2	Мера для поверки Фурье спектрометров BRM 2065, входящая в состав вторичного эталона ВЭТ 162-1, предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения линии поглощения, $\pm 1 \text{ см}^{-1}$.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (22 ± 3) ;
- относительная влажность воздуха, не более %, (60 ± 20) ;
- атмосферное давление, кПа (100 ± 4) ;
- напряжение питания сети, В (220 ± 22) ;
- частота, Гц $(50 \pm 0,5)$.

3.2 Внешние электрические и магнитные поля должны находиться в пределах, не влияющих на работу спектрометра и средств поверки.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 К проведению поверки допускают лица, изучивших настоящую методику и руководство по эксплуатации Фурье-спектрометра и средств поверки, прошедшие вводный инструктаж и имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений, прошедшие обучение и аттестованные в качестве поверителя.

4.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда ПОТ РМ-016-2001.

4.3 Фурье-спектрометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. Воздух рабочей зоны должен соответствовать. ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Проверить наличие средств поверки по таблице 2, укомплектованность их документацией и необходимыми элементами соединений.

5.2 Установка и подготовка Фурье-спектрометров к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 Проверить комплектность поверяемого Фурье-спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.1.2 Проверить надежность крепления соединительных элементов.

6.1.3 При внешнем осмотре должны убедиться:

- в отсутствии видимых механических повреждений;
- в исправности кабелей и разъемов
- в наличии заводского номера, товарного знака фирмы изготовителя.
- в наличии защитной пломбы от несанкционированного вмешательства представлено на рисунке 1.

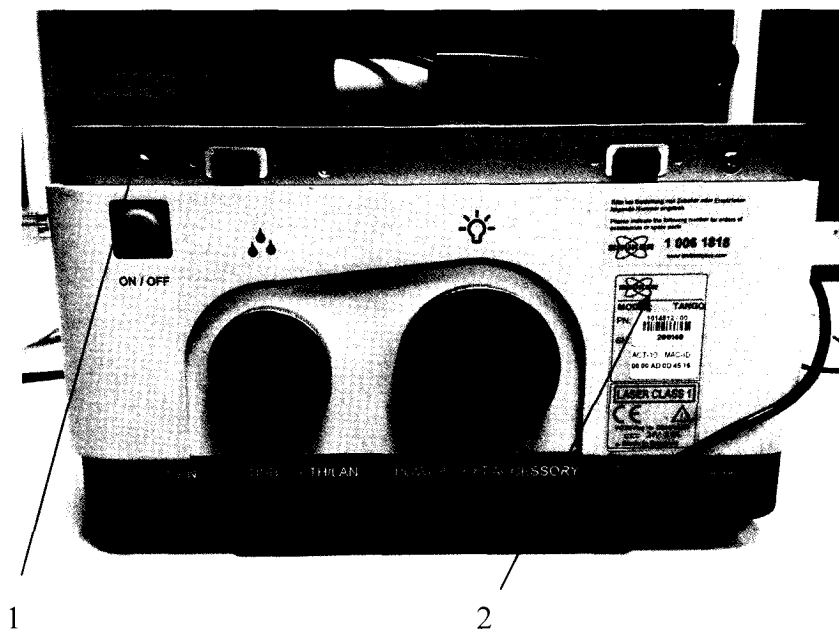


Рисунок 1- Фурье-спектрометр TANGO-R – задняя панель;
1 - место пломбирования; 2- маркировка;

6.2. Опробование

6.2.1. Перед работой с Фурье-спектрометрами необходимо проделать следующие операции:

- включить питание Фурье-спектрометра;
- осуществить прогрев прибора в течение 30 минут;
- провести пробное измерение любого образца (например, paper test).

ИК-Фурье спектрометр считается годным, если на экране отражается результат измерения.

6.2.2 Идентификация ПО

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Программа управления и обработки данных	OPUS™	7.0	9729AE7D (по файлу opus.exe)	CRC32

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение спектрального разрешения по парам воды атмосферы

Проверку спектрального разрешения проводить по результатам анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP) – OVP – PQ Test Protocol или по отчету проведенных измерений пустого канала.

Результаты анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP) – OVP – PQ Test Protocol или отчет проведенного измерения пустого канала должны получить для каждого канала измерения. Количество каналов измерения зависит от заказанной спецификации.

Прохождение PQ теста:

6.3.1.1 На главном экране нажать кнопку



Рисунок 2

6.3.1.2 В появившемся окне нажать

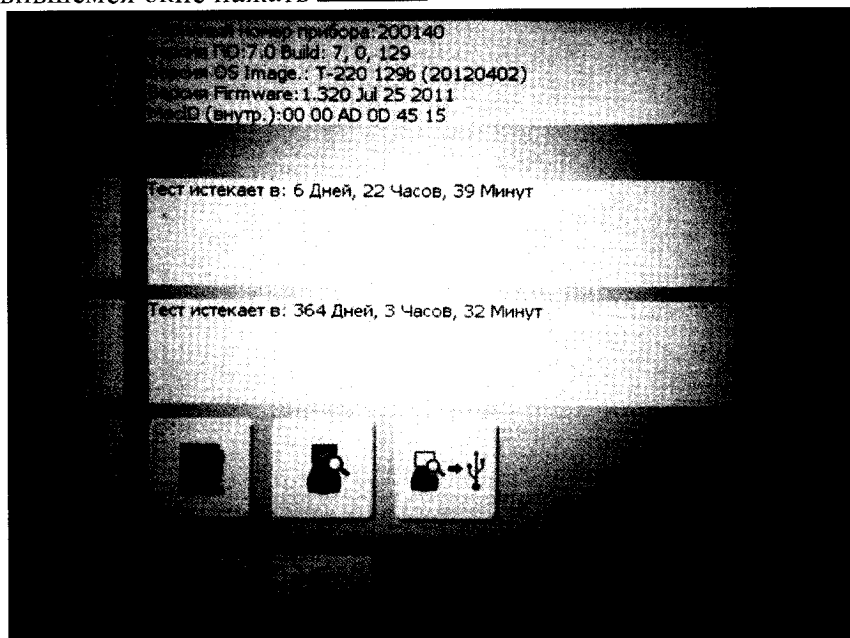


Рисунок 3

6.3.1.3 Появится окно «Провести PQ-тест?». Нажать

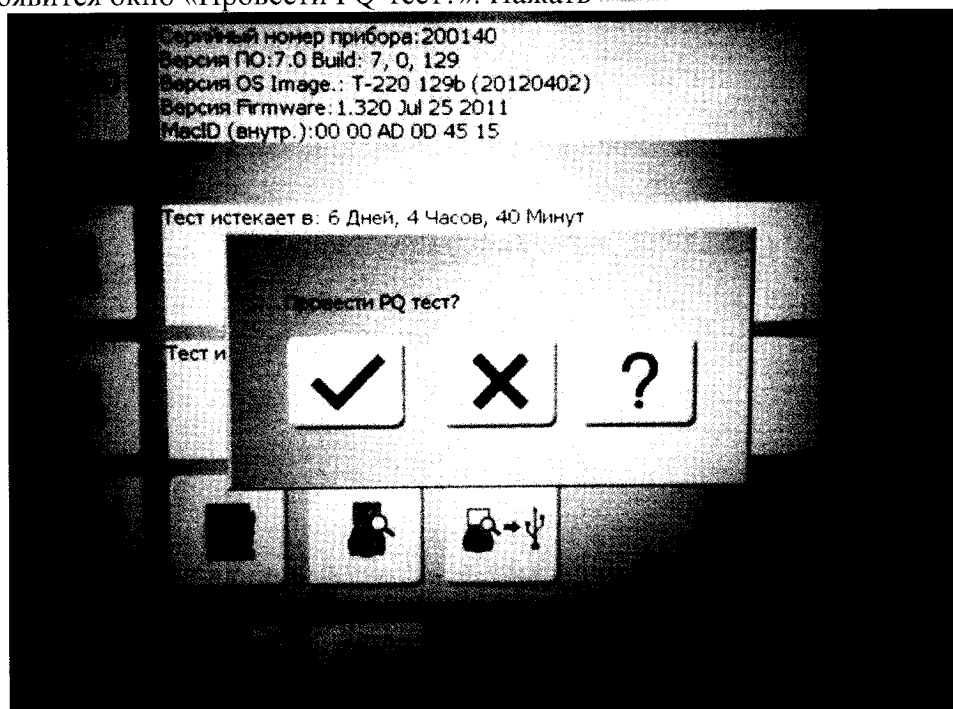


Рисунок 4

6.3.1.4 После того, как PQ-тест закончится, на экране появится отчет о прохождении теста

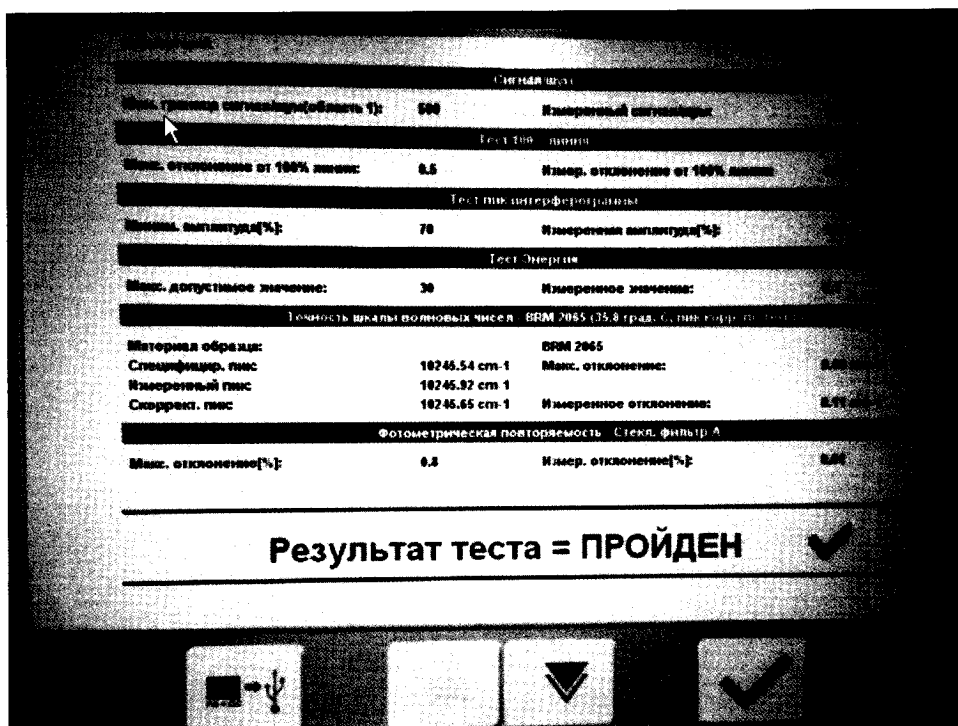
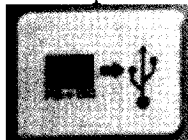


Рисунок 5

6.3.1.5 Для того чтобы результаты теста перенести на USB диск, необходимо 1) вставить флеш-накопитель в порт USB на задней панели прибора, 2) нажать кнопку



. Данные теста автоматически записываются в корневой каталог носителя. В случае успешного прохождения теста PQ переходите к OQ тесту.

6.3.1.6 На главном экране нажать кнопку

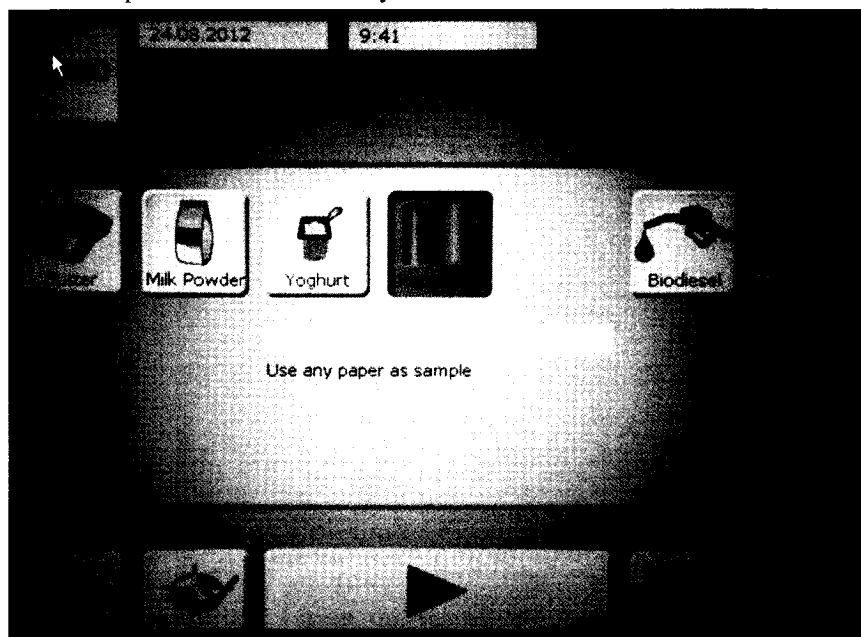


Рисунок 6

6.3.1.7 В появившемся окне нажать

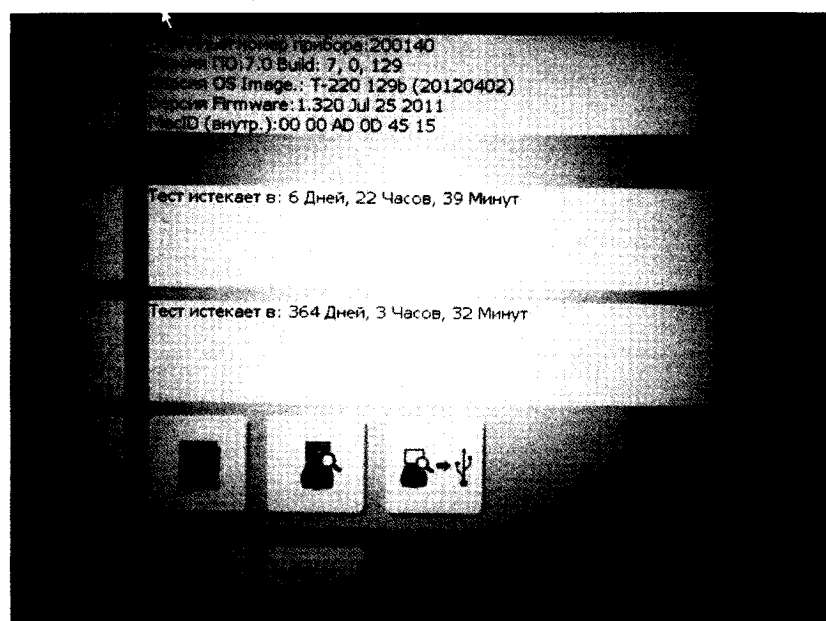


Рисунок 7

6.3.1.7 В появившемся окне нажать

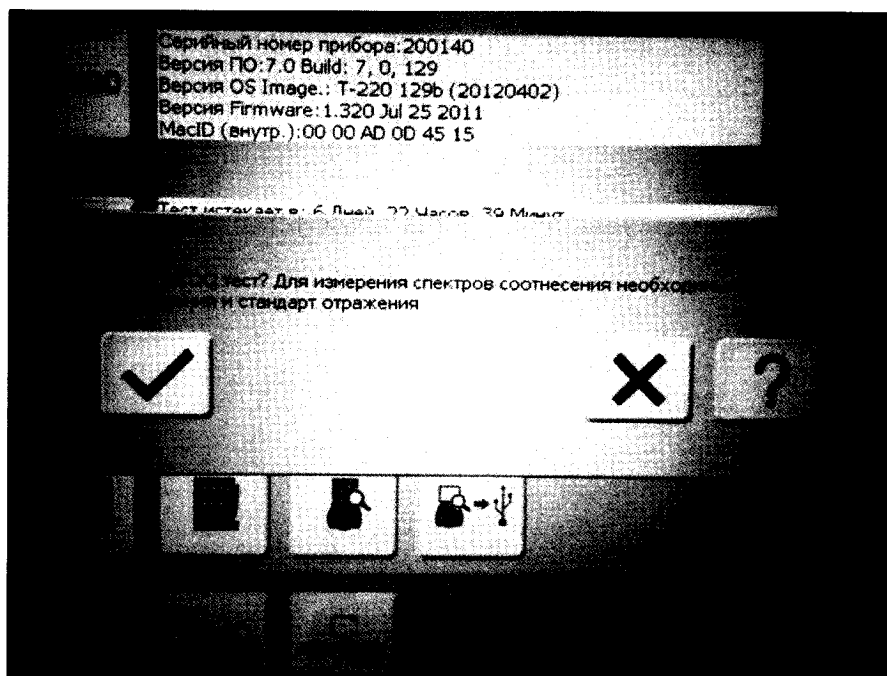


Рисунок 8

6.3.1.8 В поставке с прибором идут два стандарта: ловушка (черное полое тело) и золотой стандарт. С каждым из них идет сертификат со значениями коэффициентов отражения. При появлении следующего окна их необходимо ввести.

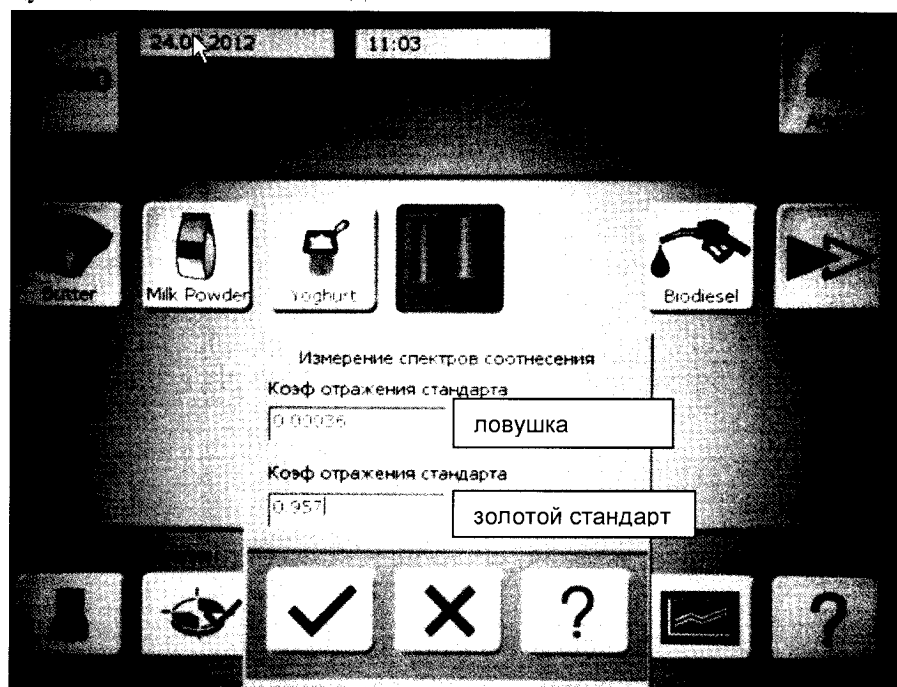


Рисунок 9

6.3.1.9 После появления запроса «Установите ловушку в окне измерения», установить черный стандарт в отделение для измерения, как показано на рисунке:

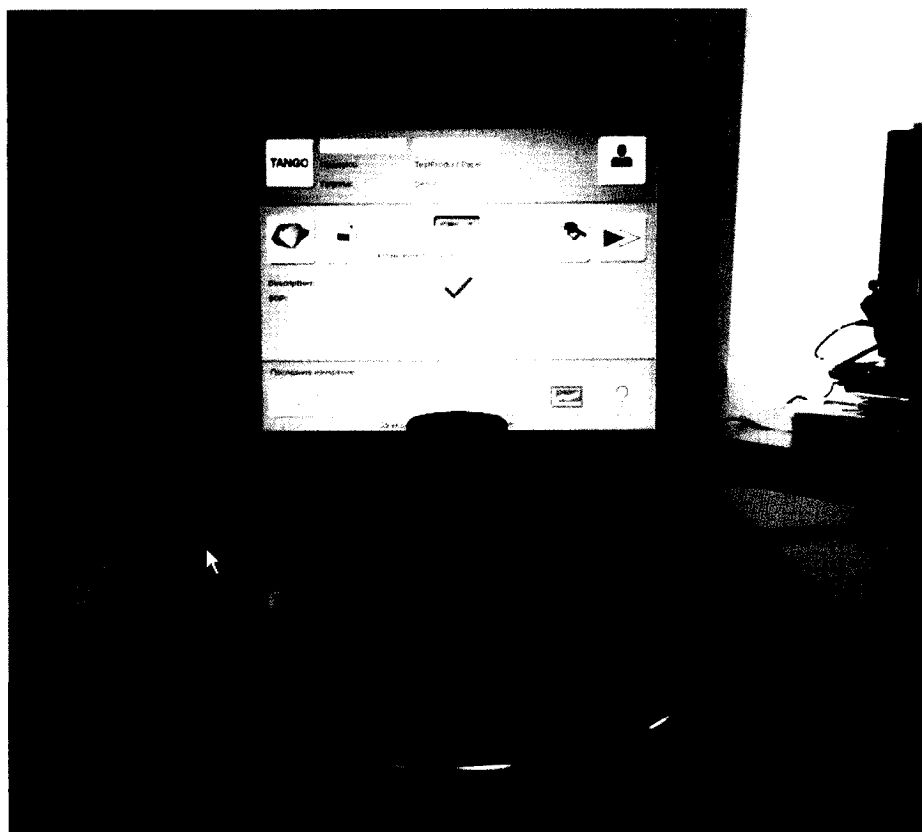


Рисунок 10

6.3.1.10 После появления запроса «Установите ЗОЛОТОЙ СТАНДАРТ в окне измерения», установить золотой стандарт в отделение для измерения, как показано на рисунке 12

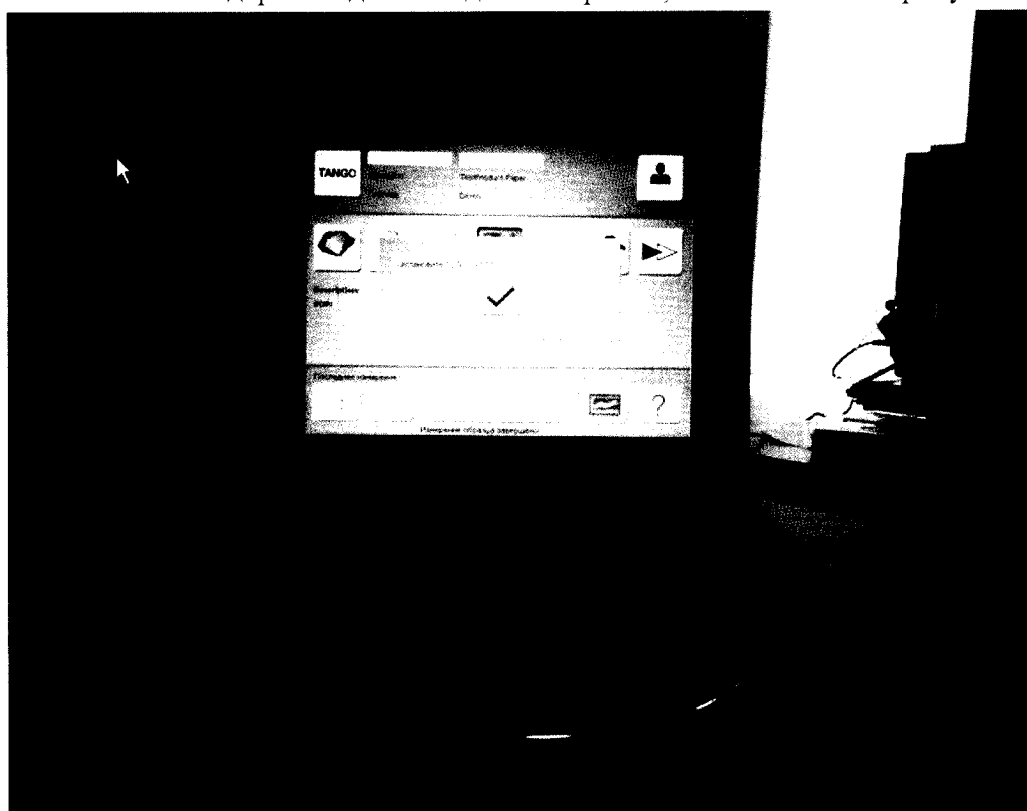


Рисунок 11

6.3.1.11 После того, как OQ-тест закончится, на экране появится отчет о прохождении теста

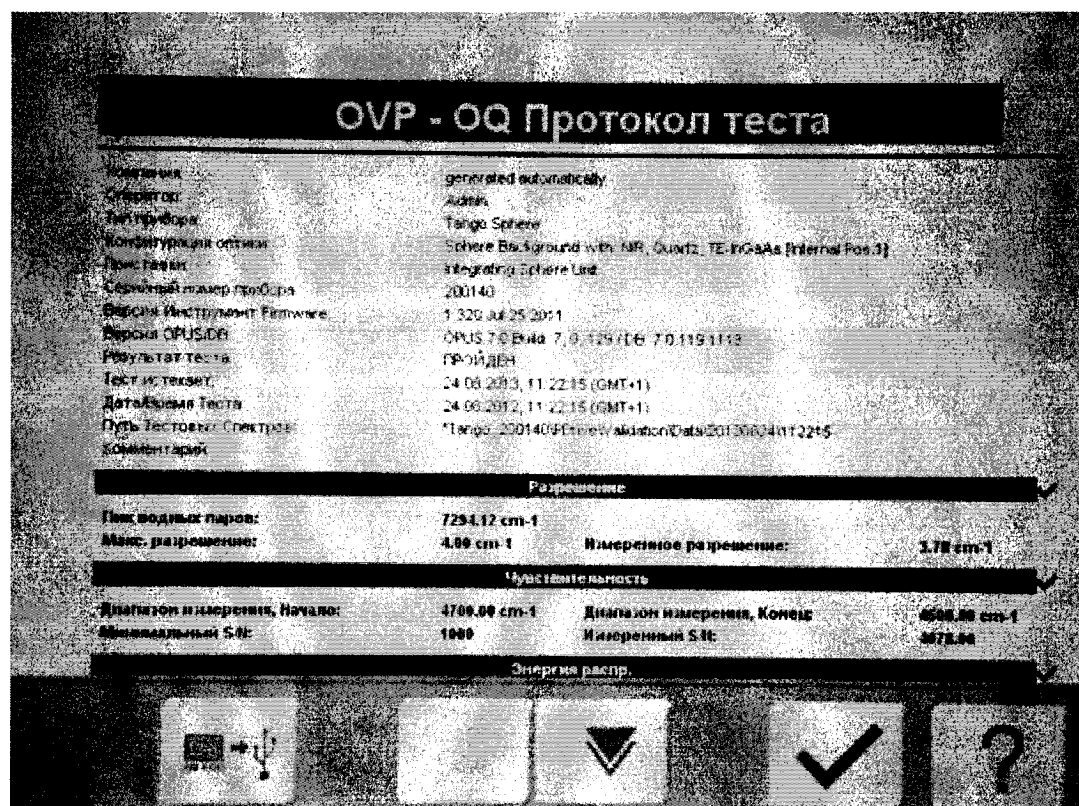
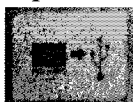


Рисунок 12

6.3.1.12 Для того чтобы результаты теста перенести на USB диск, необходимо 1) вставить флеш-накопитель в USB порт, находящийся на задней панели прибора, 2) нажать



кнопку. Данные теста автоматически записываются в корневой каталог носителя.

6.3.1.13 Измерение проводится по парам воды атмосферы. Определяется ширина пика на половине высоты линии поглощения воды $7181,68 \text{ cm}^{-1}$.

6.3.1.14 Спектрометр считается выдержавшим поверку, если измеренное значение спектрального разрешения не более 4 cm^{-1} .

6.3.2 Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне $(10300 \div 5130) \text{ cm}^{-1}$ (по мере для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065)

6.3.2.1 Подключить TANGO-R к компьютеру, как написано в Руководстве пользователя, глава 3.12



6.3.2.2 На главном экране нажать кнопку

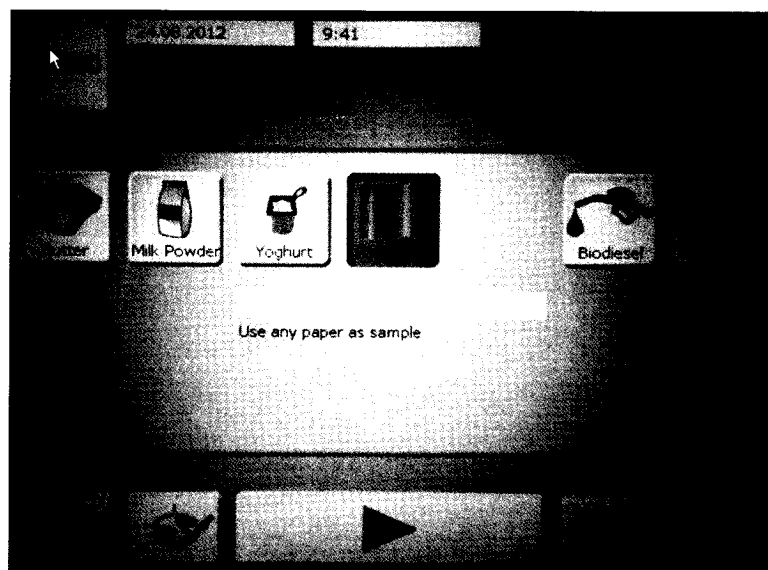


Рисунок 13

6.3.2.3 В появившемся экране нажать , экран становится неактивным.

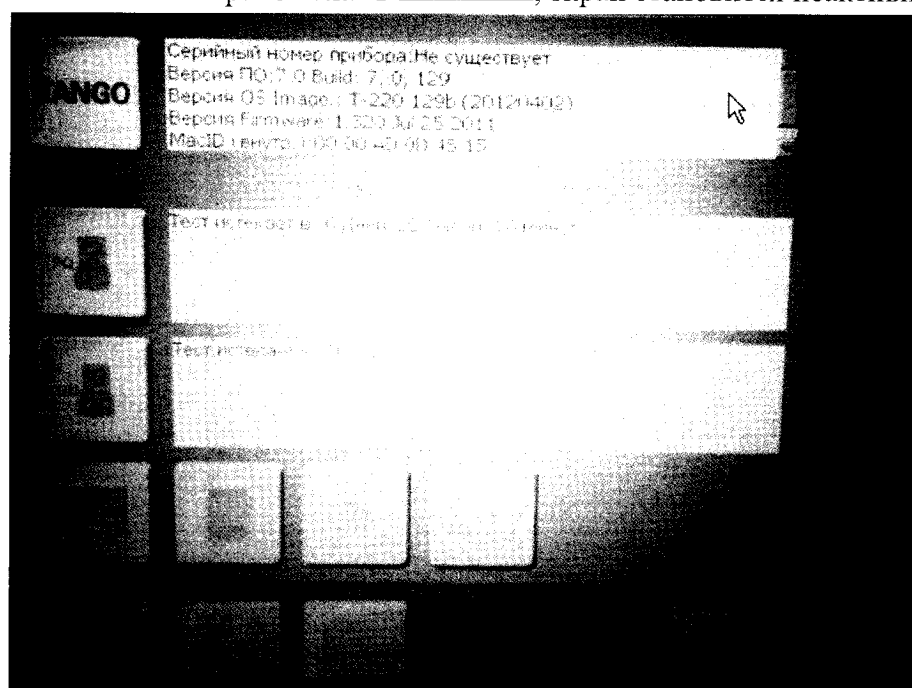


Рисунок 14

6.3.2.4 После установления связи с прибором экран TANGO-R выглядит следующим образом.

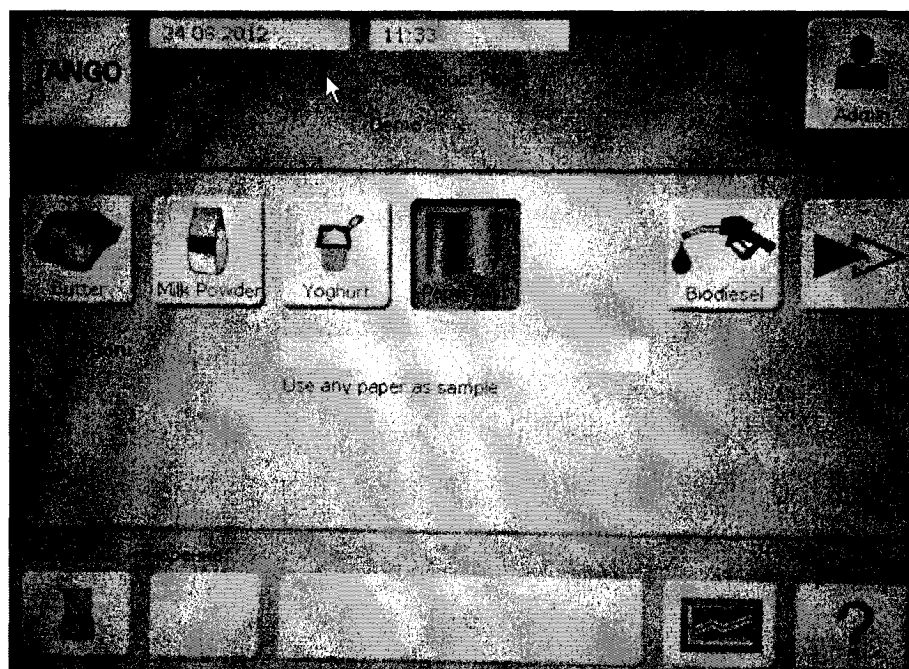


Рисунок 15

6.3.2.5 Запустить программное обеспечение OPUS IR. Подготовить меру для поверки Фурье спектрометров BRM 2065 следующим образом: открутить 3 винта, крепящие меру BRM 2065 в держателе. Поместить меру BRM 2065 своим стеклом на интегрирующую сферу (рисунок 16). Поверх меры BRM 2065 установить золотой стандарт из набора набора БИК-спектрометра (рисунок 17).

Снять спектры отражения в диапазоне от 4000 см^{-1} до 11000 см^{-1} в трех повторностях и определить длины волн соответствующих пиков.

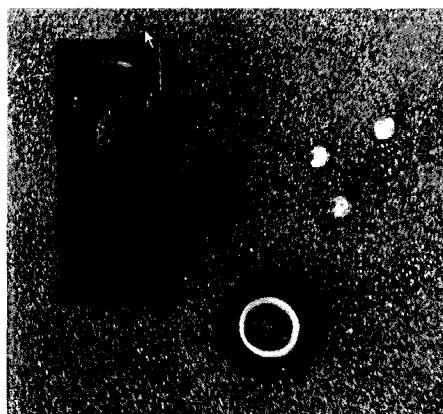


Рисунок 16

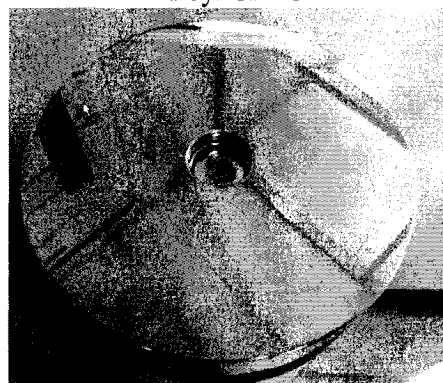


Рисунок 17

6.3.2.6 Для проведения измерений необходимо нажать кнопку “Расширенный сбор данных”.

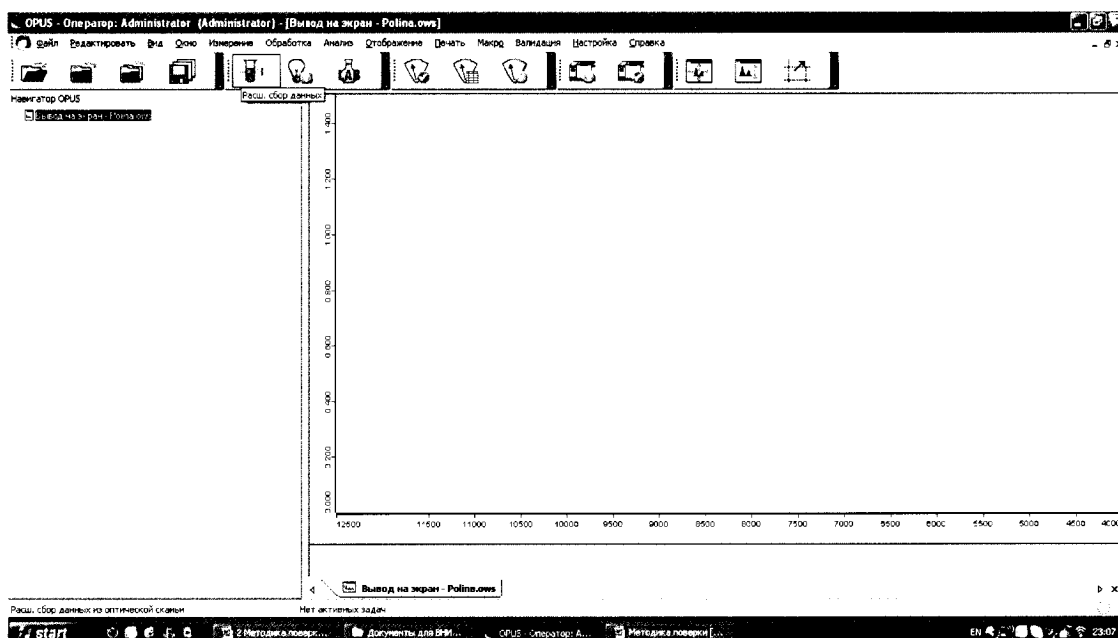


Рисунок 18

6.3.2.7 В открывшемся окне “Измерение” нажмите кнопку “загрузить”

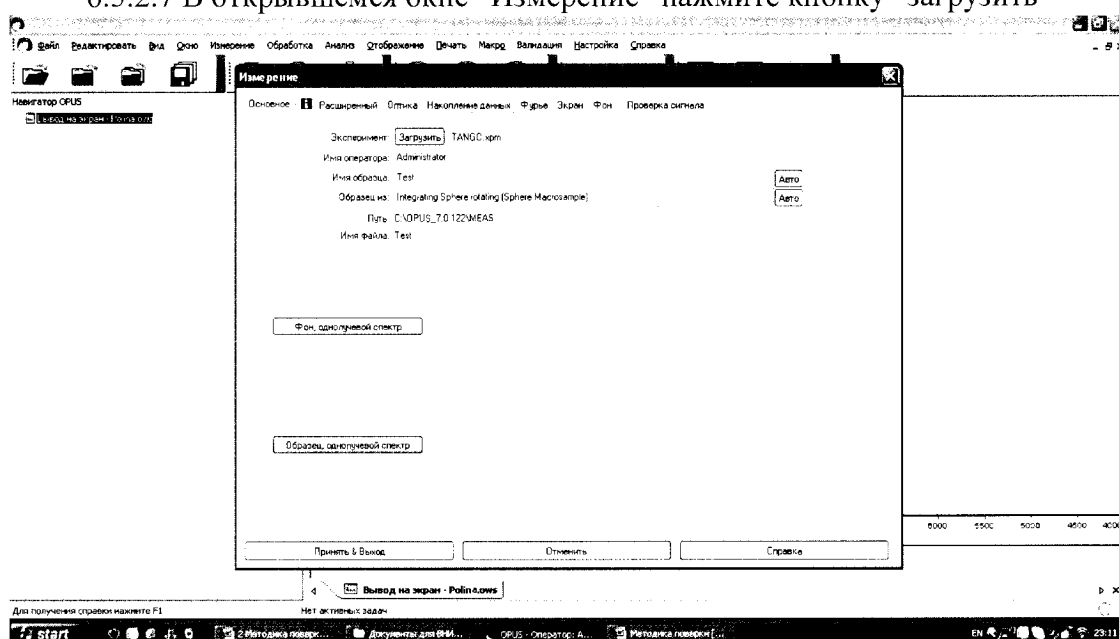


Рисунок 19

6.3.2.8 Выберете файл эксперимента “TANGO.XPM”. Нажмите кнопку открыть.

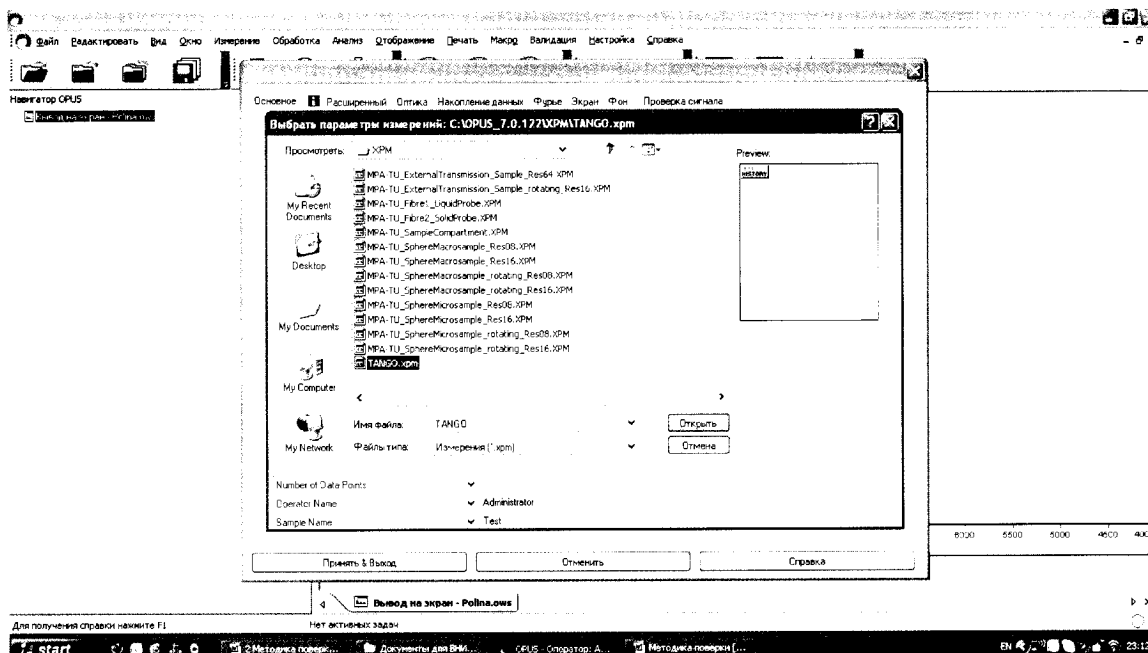


Рисунок 20

6.3.2.9 В закладке “Расширенный” установите разрешение 8 см^{-1} и время сканирования образца 64 скана. Также здесь в строке “Путь” можно установить директорию, в которую сохранится Ваш спектр.

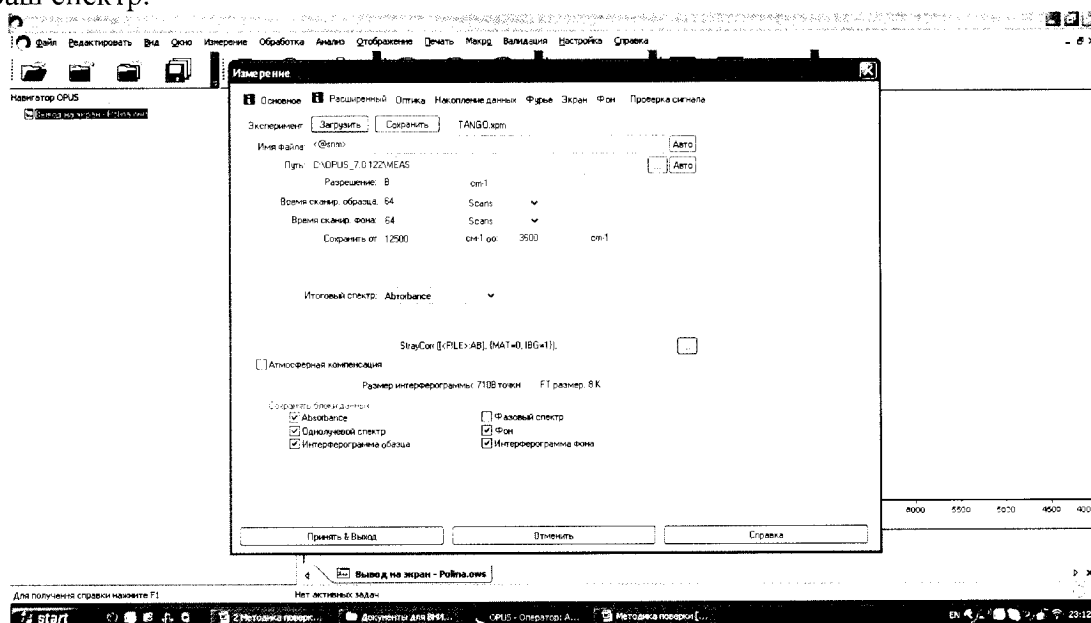


Рисунок 21

6.3.2.10 В закладке “Основное” введите имя образца в строке “Имя образца” и нажать кнопку “Фон, однолучевой спектр”

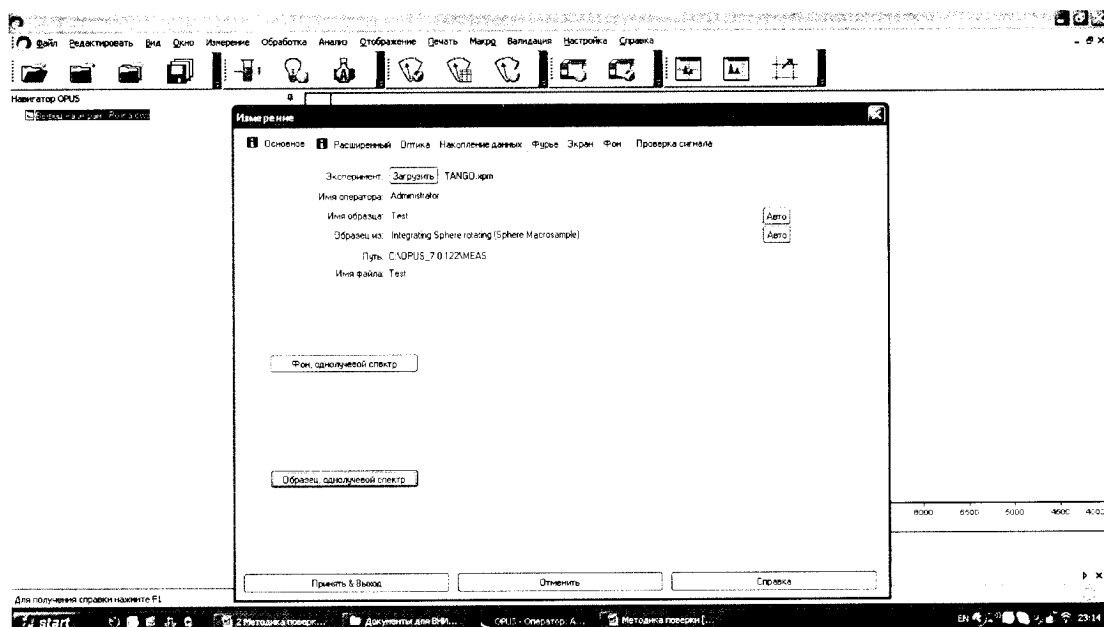


Рисунок 22

6.3.2.11 После регистрации фона, нажать кнопку “Проба, однолучевой спектр”

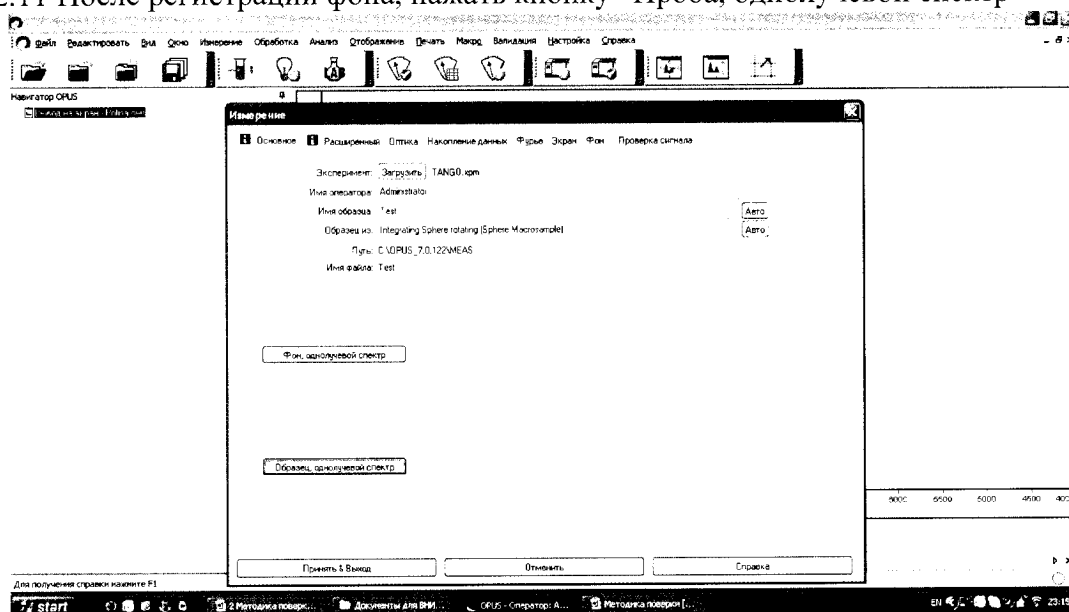


Рисунок 23

6.3.2.12 По окончании измерения спектр автоматически выводится на экран.

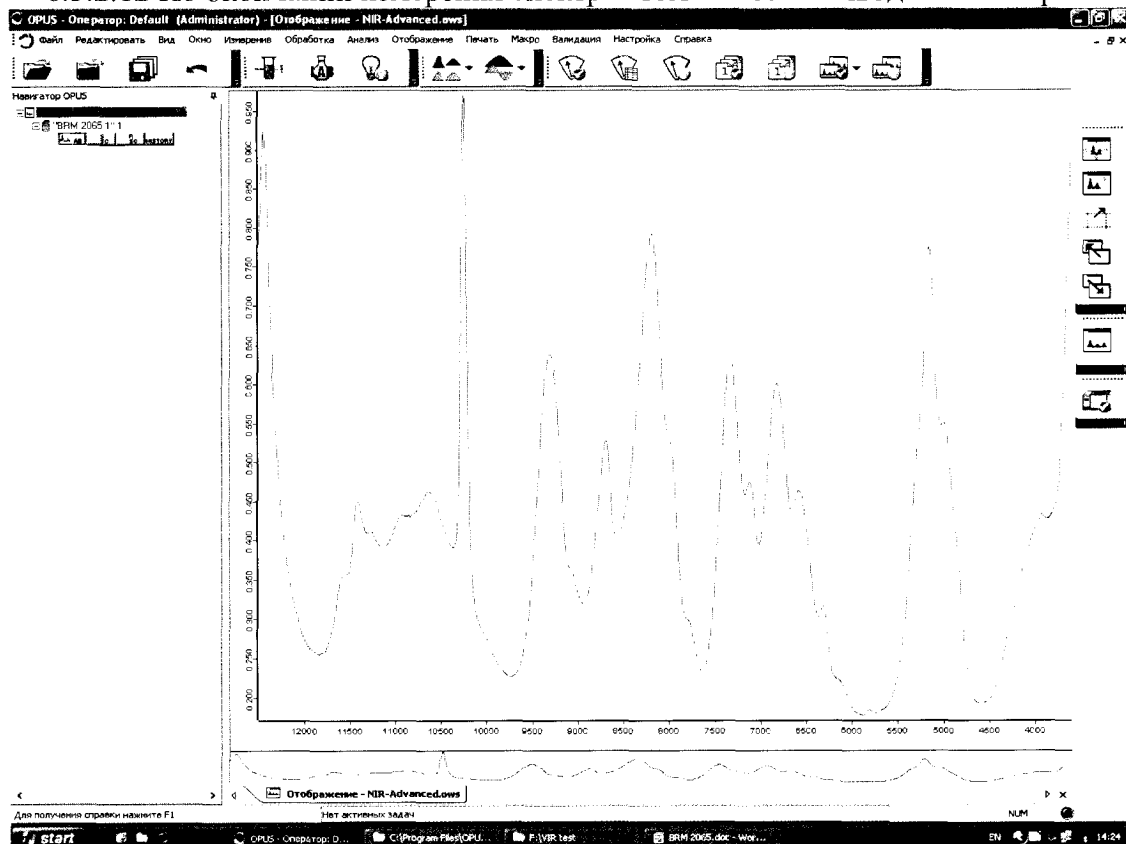


Рисунок 24

6.3.2.13. Для определения и вывода на экран соответствующие пикам длины волн, щелкните на поле спектра правой кнопкой мыши и выберите “Single Peak Pick”

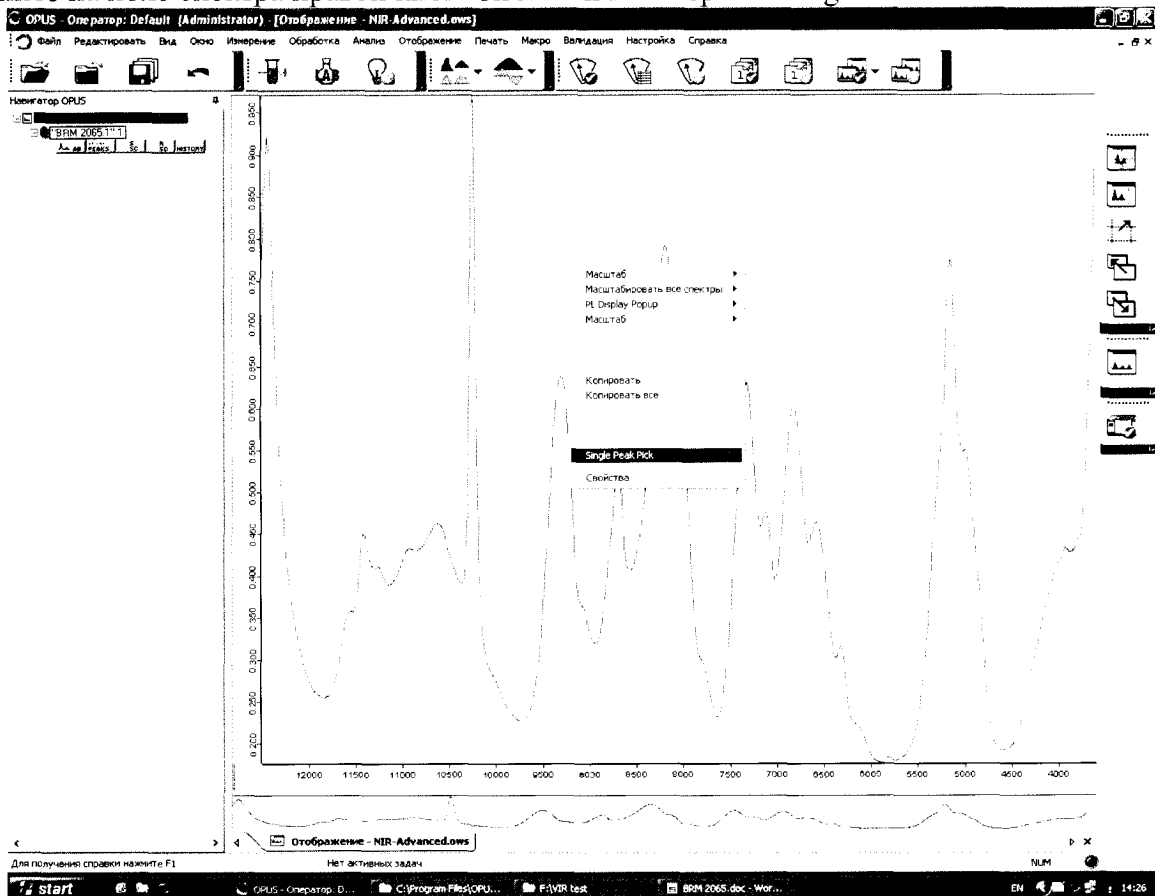


Рисунок 25

6.3.2.14. Появится курсор с изображением стрелки вниз и цифрами “1234”. Теперь, наведя курсор на интересующий пик и щелкнув левой кнопкой мыши, Вы припишете этому пику его значение волнового числа. Сравните значения со значениями в сертификате.

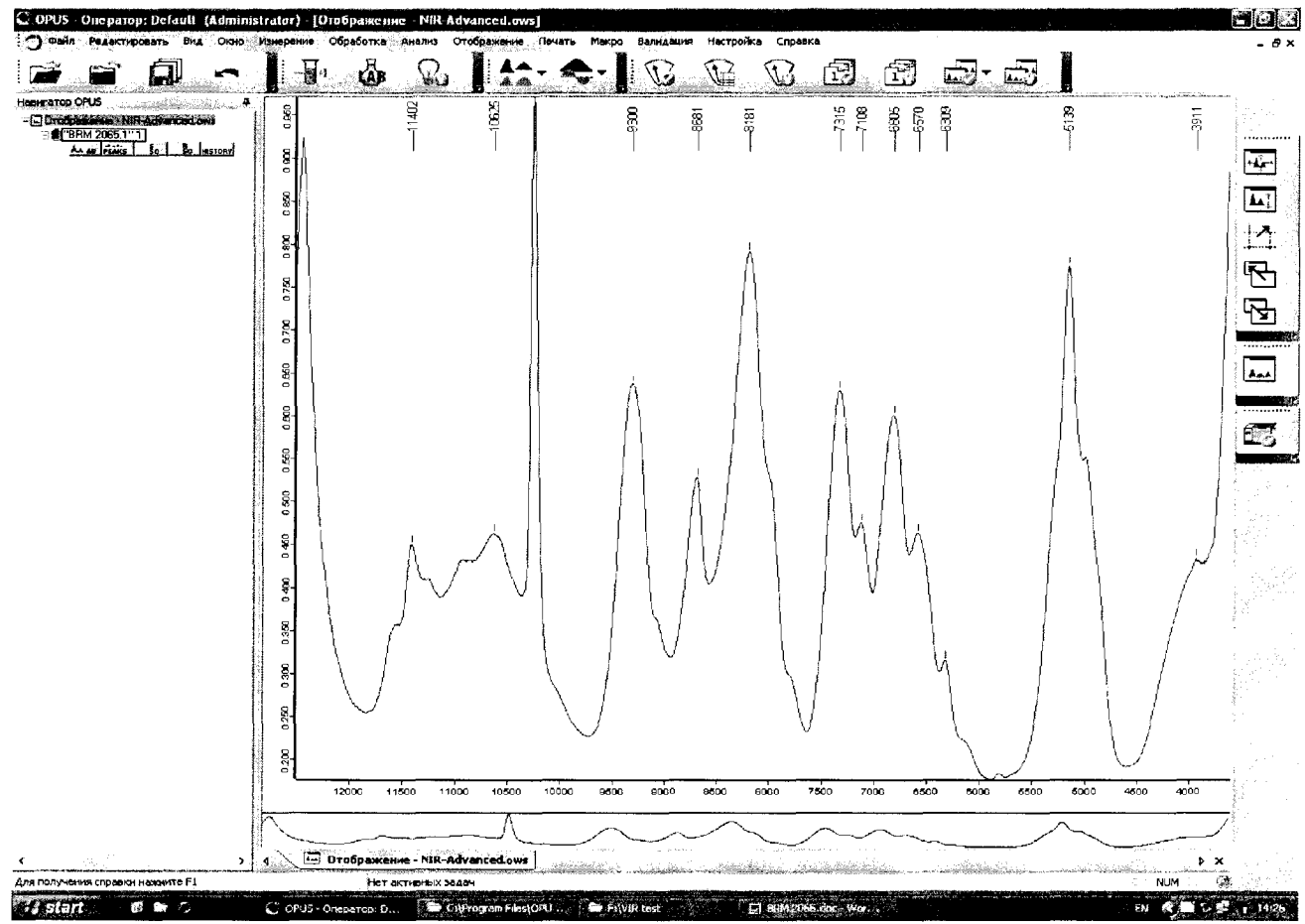


Рисунок 26

6.3.2.15 Рассчитать среднее арифметическое значение результата трех измерений спектров отражения на каждом канале. Расчет производят по формуле:

$$X_{\text{изм}} = \frac{\sum_{i=1}^3 X_i}{3} \quad (1)$$

где, X_i – длина волны, см^{-1}

6.3.2.16 Рассчитать абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел, по формуле:

$$\Delta = X_{\text{изм}} - X_{\text{д}} \quad (2)$$

где, $X_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение результата трех измерений длины волны на каждом канале, см^{-1} .

$X_{\text{д}}$ – значение длины волны, взятое из паспорта (свидетельства о поверке) меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065.

Повторить расчет для каждой длины волны меры для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065, в соответствии с линиями, указанными в паспорте.

Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку, если полученный спектр отражения соответствует спектру отражения меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065.

Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку, если рассчитанная абсолютная погрешность измерения длины волны не превышает $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$ на всех каналах измерения.

6.3.3 Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел при значении $7181,68 \text{ см}^{-1}$ (по парам воды в атмосфере)

6.3.3.1 Измерения проводят по парам воды атмосферы, спектры поглощения представлены в Приложении Б

6.3.3.2 Перед началом измерений устанавливают следующие настройки прибора:

- спектральный диапазон $11500 - 4000 \text{ см}^{-1}$ ($0,870 - 2,500$) мкм
- спектральное разрешение 4 см^{-1} .
- число сканов 32

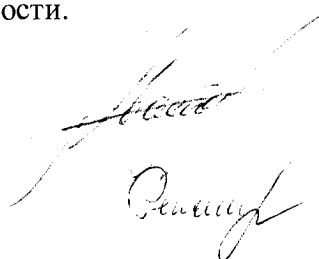
- Записывают три однолучевых спектра пустого канала в режиме пропускания. Процедура повторяется для каждого канала измерения.
- Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов трех измерений длины волны поглощения паров воды атмосферы, по формуле 1 для каждого канала измерения.
- Рассчитывают абсолютную погрешность по формуле 2. За действительное значение принимается длина волны поглощения паров воды атмосферы равная $7181,68 \text{ см}^{-1}$
- Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку, если рассчитанная абсолютная погрешность измерения длины волны линии поглощения паров воды атмосферы, не превышает $\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении А). В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности Фурье-спектрометра с указанием причин непригодности.

Начальник отдела Д-4 ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер отдела Д-4 ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Е.А. Рекстина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

К Методике поверки МП 85.Д4-12 «Фурье-спектрометры TANGO-R»

Протокол №
Первичной/периодической поверки
от « ____ » _____ 20__ года.

Наименование средства измерения: **Фурье-спектрометры TANGO-R**

Заводской номер: _____

Изготовитель: _____

Поверено в соответствии с методикой поверки: МП 85.Д4-12 «Фурье-спектрометры TANGO-R»

Используемое контрольно-измерительное оборудование: _____

Поверка производилась при следующих значениях влияющих факторов: температура окружающей среды ____°С, относительная влажность ____%, атмосферное давление _____ мм рт.ст

Результаты поверки:

<i>Наименование параметра</i>	<i>Пункт МП</i>	<i>Пределы допускаемого значения</i>	<i>Измеренное значение</i>	<i>Рассчитанное значение погрешности</i>	<i>Вывод</i>
Проверка спектрального разрешения по парам воды атмосферы	6.3.1	не более 4 см ⁻¹			
Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне (10300÷5130) см ⁻¹ (по мере для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065)	6.3.2.	Не более ±1,0 см ⁻¹			
Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел при значении 7181,68 см ⁻¹ (по парам воды атмосферы)	6.3.3	Не более ±0,1 см ⁻¹			

Заключение: _____

Дата « ____ » _____ 20__ г.

Поверитель: _____ / _____ /

ФНО

подпись

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Однолучевой спектр пустого канала

