

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.п. « 15 » _ 06 _____ 2023 г.

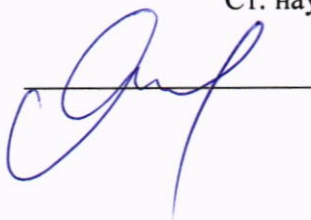
Государственная система обеспечения единства измерений
Фурье-спектрометры инфракрасные ИнфраЛЮМ ФТ

Методика поверки
МП-242-2549-2023

Руководитель НИО государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник


М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры инфракрасные ИнфраЛЮМ ФТ модификаций ИнфраЛЮМ ФТ-08 и ИнфраЛЮМ ФТ-08М (далее - спектрометры) и устанавливает методы и средства их поверки.

Методика поверки обеспечивает прослеживаемость шкалы волновых чисел поверяемого спектрометра к государственному первичному эталону ГЭТ 2-2021 единицы длины – метра в соответствии с государственной поверочной схемой 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, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2840.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым спектрометром значений волновых чисел, соответствующих положениям максимумов (или минимумов) характеристических полос поглощения меры волновых чисел.

Примечания:

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1. Допускается использовать настройки программного обеспечения, позволяющие провести несколько операций по таблице 1 без остановки процесса измерений после завершения каждого этапа при условии вывода результатов по каждой операции в отдельности.

Таблица 1

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Опробование	Да	Да	8
Проверка соответствия программного обеспечения	Да	Да	9

Продолжение таблицы 1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям	Да	Да	10
Определение спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел	Да	Да	10.2
Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	Да	Да	10.3
Определение отношения сигнал/ шум	Да	Да	10.4
Подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям	Да	Да	10.5

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +17 до +28 °С;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Поверка спектрометров должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 до +50 °С; абсолютная погрешность не более ± 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха с верхней границей диапазона измерений не менее 85 %, абсолютная погрешность не более ± 5 %	Прибор комбинированный Testo 608-H1 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 53505-13)
Раздел 10 Определение метрологических характеристик спектрометра	Рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утверждённой приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840 (часть 1): Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: от 3100 до 537 см ⁻¹ . Номинальные значения воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания, см ⁻¹ : 3082 \pm 10; 3060 \pm 10; 2849 \pm 10; 1943 \pm 10; 1802 \pm 10; 1601 \pm 10; 1372 \pm 10; 1154 \pm 10; 1028 \pm 10; 841 \pm 10; 540 \pm 10. Доверительные границы относительных погрешностей от до $\pm 5 \cdot 10^{-5}$ до $\pm 5 \cdot 10^{-3}$ при $P = 0,99$ (пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания $\pm 0,5$ см ⁻¹)	Мера волнового числа МВЧ-001 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 67321-17)

5.2. Все применяемые средства измерений, перечисленные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки спектрометров следует соблюдать требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 № 903н, а также требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

7 Внешний осмотр

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие спектрометров следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации спектрометров (далее – РЭ), Руководство пользователя программного обеспечения СпектраЛЮМ (далее - РП) и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований безопасности.

8.1.2 При подготовке к поверке проверяют выполнение условий, установленных в разделе 3 настоящей методики поверки, и заносят в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, относительная влажность воздуха).

8.1.3 Подготавливают средства поверки, перечисленные в пункте 4.1.

8.1.4 Подготавливают спектрометр к работе с персональным компьютером, включают спектрометр и персональный компьютер в сеть согласно Руководству по эксплуатации, запускают программное обеспечение СпектраЛЮМ. В кюветном отделении должен быть установлен универсальный кюветодержатель без установки каких-либо кювет.

8.1.5 Выдерживают спектрометр во включенном состоянии перед началом поверки в течение 2 часов.

8.2 Опробование

8.2.1 В главном окне программного обеспечения СпектраЛЮМ (далее - программное обеспечение) убеждаются в наличии подключения спектрометра и о готовности его к работе. При успешном подключении должна быть доступна опция Прибор/Информация о приборе, а зеленый цвет индикатора в левом нижнем углу окна указывает на готовность спектрометра к работе. При отсутствии подключения выбирают пункт меню Прибор/Подключение прибора и подключают спектрометр к программе в соответствии с РП программного обеспечения.

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если имеется подключение спектрометра к программному обеспечению и спектрометр готов к работе.

9 Проверка программного обеспечения

В главном меню программы «СпектраЛЮМ» выбирают пункт Прибор/Информация о приборе. Открывшееся окно «Информация о приборе» содержит основную информацию о приборе, в том числе версию встроенного программного обеспечения. Для закрытия окна нажимают кнопку «ОК».

Для проверки соответствия автономного программного обеспечения:

- в главном окне программного обеспечения входят в пункт меню Справка/Идентификация ПО и нажимают кнопку «Идентификация ПО». Проводят визуализацию идентификационных данных (см. рисунок 1);

Идентификация ПО		✕
Параметр	Значение	
Программное обеспечение	СпектраЛЮМ Версия 2. 0. 1. 326	
Метрологически значимая часть	SpLumMetroModule.dll	
Контрольная сумма	fab75a7f2a0c49035994915567e9aa6d	
Алгоритм	MD5	
		ОК

Рисунок 1 - Окно «Идентификация ПО»

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа средства измерений;
- для продолжения работы закрывают окно нажатием кнопки ОК.

Результат проверки считается положительным, если номер версии встроенного и автономного программного обеспечения соответствует версии, указанной в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям

10.1 Устанавливают с помощью программного обеспечения параметры работы спектрометра в соответствии с таблицей 3. Указанные в таблице 3 параметры устанавливаются для определения всех метрологических характеристик поверяемого спектрометра, если не указано иное.

Таблица 3

Параметр	Значение
Частота выборки	8 точек на период HeNe лазера
Частота сканирования	7,14 кГц*
Автокалибровка усиления	Разрешена
Интерполировать на стандартную длину волны лазера	Стоит контрольная отметка
Спектральный диапазон	от 537 до 3100 см ⁻¹
Время накопления	60 с
Разрешение	4 см ⁻¹
Аподизация	Бесселева
Дополнение нулями	Нет
Управление разрешением автоматически	Стоит контрольная отметка
* Если иное не указано в формуляре спектрометра.	

10.2 Определение спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел

10.2.1 Проверяют установку параметров регистрации спектров в соответствии с таблицей 3 и устанавливают разрешение, равное 2 см⁻¹.

10.2.2 Регистрируют фоновый (энергетический) спектр без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение.

10.2.3 В кюветное отделение спектрометра устанавливают меру волнового числа МВЧ-001.

10.2.4 Регистрируют 5 спектров пропускания меры волнового числа МВЧ-001 и при помощи программного обеспечения к спектрометру определяют волновые числа, соответствующие минимальным ординатам линий пропускания меры МВЧ-001 в диапазонах: (3082±10); (3060±10); (2849±10); (1943±10); (1802±10); (1601±10); (1154±10); (1028±10); (841±10); (540±10) см⁻¹.

10.2.5 Для значений волновых чисел, полученных по п.10.2.4, рассчитывают средние арифметические значения ($\bar{\nu}_k$, см⁻¹) волновых чисел, соответствующие минимальным ординатам линий пропускания меры МВЧ-001 в каждом диапазоне, по формуле:

$$\bar{\nu}_k = \frac{\sum_{i=1}^n \nu_{ik}}{n} \quad (1)$$

где ν_{ik} – измеренное i -ое значение волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания меры МВЧ-001 в k -ом диапазоне, см⁻¹;

n – число измерений спектра пропускания меры МВЧ-001.

10.3 Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

10.3.1 Для всех значений волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания меры МВЧ-001, полученных по п.10.2.4, рассчитывают значение

отклонения (Δv_{ik} , см⁻¹) измеренного значения от действительного значения, указанного в протоколе поверки меры МВЧ-001, соответствующего минимальной ординате линии пропускания меры МВЧ-001 в соответствующем диапазоне:

$$\Delta v_{ik} = v_{ik} - v_{k,эт}, \quad (2)$$

где v_{ik} – измеренное i -ое значение волнового числа, соответствующее минимальной ординате линий пропускания меры МВЧ-001 в k -ом диапазоне, см⁻¹;

$v_{k,эт}$ – действительное значение волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания меры МВЧ-001 в k -ом диапазоне, приведенное в протоколе поверки меры, см⁻¹.

10.3.2 За абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел в k -ом диапазоне принимают наибольшее по абсолютной величине значение отклонения Δv_{ik} , вычисленное по формуле (2).

10.4 Определение отношения сигнал/шум

10.4.1 Проверяют установку параметров регистрации спектров в соответствии с таблицей 3.

10.4.2 Регистрируют фоновый (энергетический) спектр без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение. Непосредственно за этим регистрируют спектр пропускания.

10.4.3 Используя программное обеспечение к спектрометру, определяют отношение сигнал/шум для значения волнового числа 2175 см⁻¹ при ширине интервала обработки ± 25 см⁻¹.

П р и м е ч а н и е - Отношение сигнал/шум вычисляется программным обеспечением как отношение значения сигнала линии 100 %-го пропускания в данном диапазоне к величине размаха сигнала линии 100 %-го пропускания в этом же диапазоне.

10.4.4 Повторяют операции по п.10.4.2 и п.10.4.3 еще четыре раза и затем вычисляют среднее арифметическое значение отношения сигнал/шум по результатам всех пяти измерений.

10.4.5 За отношение сигнал/шум принимают среднее арифметическое значение, вычисленное по п.10.4.4.

10.5 Подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям

Соответствие поверяемого спектрометра установленным метрологическим требованиям, приведенным в описании типа средств измерений, считают удовлетворительными, если выполняются следующие требования:

- в каждом диапазоне, приведенном в таблице 2, зарегистрирована линия пропускания меры волнового числа МВЧ-001 (см. п.10.2);

- абсолютная погрешность измерений по шкале волновых чисел во всех диапазонах не превышает $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$ (см. п. 10.3);
- отношение сигнал/шум не менее 18000 (см. п. 10.4).

Несоответствие спектрометра хотя бы одному из перечисленных требований означает его несоответствие установленным метрологическим требованиям.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты, полученные при поверке, оформляют в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении А.

11.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным к применению. Спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, не допускается к применению.

11.3 Сведения о результатах поверки спектрометров в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений передаются организацией, проводящей поверку, в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.4 При положительных результатах поверки по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие спектрометра обязательным требованиям к средствам измерений в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.

11.5 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают, по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

Протокол поверки

от _____
(дата)

Наименование СИ	
Заводской номер	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	От +17 до +28	
Относительная влажность воздуха, %	Не более 75	

Используемые эталоны:

(Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/аттестации)

Внешний осмотр средства измерений _____

(Результаты внешнего осмотра средства измерений)

Опробование средства измерений _____

(Результаты опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений _____

(Результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик

1. Определение спектрального диапазона измерений

Линии пропускания МВЧ-001, см^{-1}	Измерено $\bar{\nu}_k$, см^{-1}	Результат (уд./неуд.)
3082 \pm 10		
3060 \pm 10		
2849 \pm 10		
1943 \pm 10		
1802 \pm 10		
1601 \pm 10		
1154 \pm 10		
1028 \pm 10		
841 \pm 10		
540 \pm 10		

2. Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

$\nu_{k, \text{эт}}$, см^{-1}	ν_{ik} , см^{-1}	$\Delta \nu_{ik}$, см^{-1}	Требования, см^{-1}	Результат (уд./неуд.)
			$\pm 1,0$	

Примечание - Обозначения в соответствии с п.10.2.1 Методики поверки

3. Определение отношения сигнал/шум

Измерено	Среднее значение	Требования	Результат (уд./неуд.)
		18000	

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____

(Подпись, расшифровка подписи)