

СОГЛАСОВАНО



Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»

Е.А. Гаврилова
2025 г.

«ГСИ. Фурье-спектрометры инфракрасные СПЕКТР-О.

Методика поверки»

МП 023.Д4-25

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«10» ноябрь 2025 г.

Москва
2025 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры инфракрасные СПЕКТР-О (далее – спектрометры), предназначенные для измерений волновых чисел в оптических спектрах пропускания и отражения в инфракрасной области в твердых, жидких и газообразных образцах, а также количественного анализа органических и неорганических веществ, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость согласно:

– государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 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 длины волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм» к Государственному первичному эталону единицы длины - метра ГЭТ 2-2021.

Проверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см^{-1} модификация СПЕКТР-О-СТ-1	от 10250 до 5130
модификация СПЕКТР-О-СТ-2 с блоком интерферометра: - ФСМ 2201	от 7310 до 537
- ФСМ 2202	от 7310 до 537
- ФСМ 2211	от 10250 до 5130
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см^{-1} - в диапазоне волновых чисел св. 5130 до 537 см^{-1}	$\pm 1,0$
- в диапазоне волновых чисел от 10250 до 5130 см^{-1} включ.	$\pm 3,5$

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок 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 средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений			10
Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение абсолютной погрешности измерений волновых чисел	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

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

2.3 Первичная (периодическая) поверка проводится на основании письменного заявления владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме.

2.4 Проведение поверки в сокращённом объёме не допускается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от плюс 15 до плюс 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 70
- атмосферное давление, кПа от 94,0 до 106,0

Примечание – При определении метрологических характеристик спектрометров необходимо соблюдать условия эксплуатации эталонного оборудования.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на спектрометры.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в 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.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от плюс 15 °C до плюс 25 °C с абсолютной погрешностью не более 0,2 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 до 97 % с абсолютной погрешностью не более 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11
п. 10 Определение метрологических характеристик	Рабочий эталон 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утверждённой приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 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». спектральный диапазон по шкале волновых чисел: от 10250,0 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 ¹⁾ (рег. № 67321-17) -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 волновых чисел BRM 2065 ²⁾ (рег. № 61340-15), спектральный диапазон волнового числа от 12000 до 4000 см ⁻¹ ; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения полос поглощения $\pm 0,5$ см ⁻¹

¹⁾ далее по тексту – Мера МВЧ-001;²⁾ далее по тексту – Мера BRM 2065³⁾ предоставляются изготовителем.

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям поверки для легких физических работ.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в РЭ на спектрометры.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида спектрометра проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный спектрометр, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр спектрометра на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и заводского номера спектрометра.

7.3 Проверить комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям, указанным в описании типа на данный спектрометр.

7.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид спектрометра соответствует изображениям, приведённым в описании типа на данный спектрометр;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность», указанному в описании типа на данный спектрометр;
- маркировка спектрометра содержит сведения о типе и заводском номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Опробование спектрометра проводится следующим образом:

8.1.1 Проверить соответствие условий окружающей среды условиям, указанным в п. 3.1 настоящей методики поверки.

8.1.2 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с РЭ.

8.1.3 Включить спектрометр в соответствии с РЭ. Включение электрического питания осуществляется сетевым выключателем, расположенным на правой стенке спектрометра. При наличии электрического питания загорается световая индикация сетевого выключателя. Для устойчивой работы спектрометра требуется прогреть его во включенном состоянии не менее 30 мин. Запустить программное обеспечение спектрометра (далее – ПО), установленное на персональном компьютере.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Спектрометры имеют ПО, установленное на ПК. Проверку версии ПО осуществляют следующим образом:

- для спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-1 выполняют последовательности команд меню программы OPUS/IR «Справка», «О программе...». В открывшемся окне приведены наименование ПО, идентификационное наименование ПО, номер версии (идентификационный номер) ПО;

- для спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-2 выполняют последовательности команд меню программы FSpec «Справка», «О программе...». В открывшемся окне приведены наименование ПО, идентификационное наименование ПО, номер версии (идентификационный номер) ПО.

9.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4 или 5.

Таблица 4 – Идентификационные данные (признаки) ПО (модификация СПЕКТР-О-СТ-1)

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OPUS
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	8.9
Цифровой идентификатор ПО	-

Таблица 5 – Идентификационные данные (признаки) ПО (модификация СПЕКТР-О-СТ-2)

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	FSpec
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	4.3.1.15
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка спектрального диапазона измерений волновых чисел, определение абсолютной погрешности измерений волновых чисел

10.1.1 Проверку спектрального диапазона измерений волновых чисел совмещают с операцией определения абсолютной погрешности измерений волновых чисел.

10.1.2 Убедиться, что условия поверки соответствуют требованиям, установленным в п. 3 настоящей методики поверки, с помощью средств измерений температуры, влажности и атмосферного давления, указанных в таблице 3 или аналогичных.

10.1.3 Для проведения поверки спектрометров модификации СПЕКТР-О-СТ-1 и СПЕКТР-О-СТ-2 с блоком интерферометра ФСМ 2211, оснащенных оптоволоконными зондами, вставить меру BRM 2065 в измерительную канавку зонда или присоединить оптоволоконные кабели в держатель меры следующим образом:

- отсоединить оптоволоконные кабели от зонда, как показано на рисунке 1;

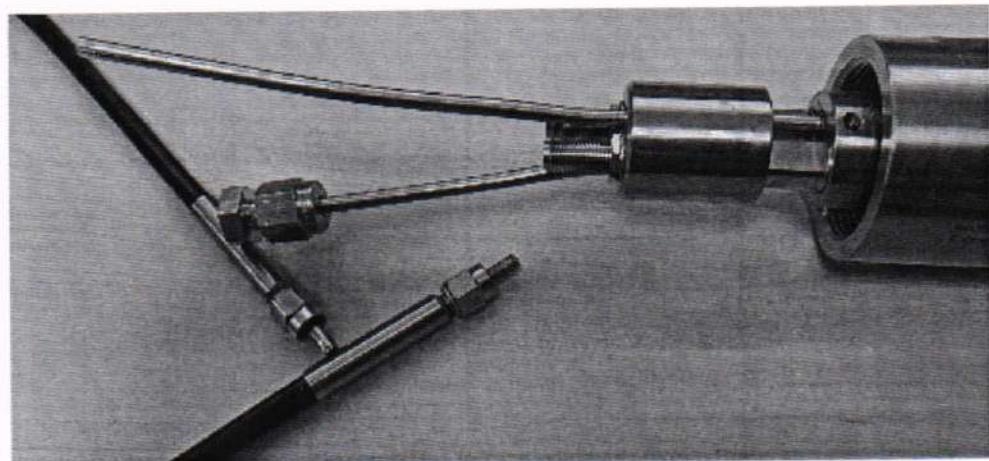


Рисунок 1 – Процедура отсоединения оптоволоконных кабелей от зонда

- установить оправку с мерой в держатель, присоединить оптоволоконные кабели к коллиматорам держателя, как показано на рисунке 2;

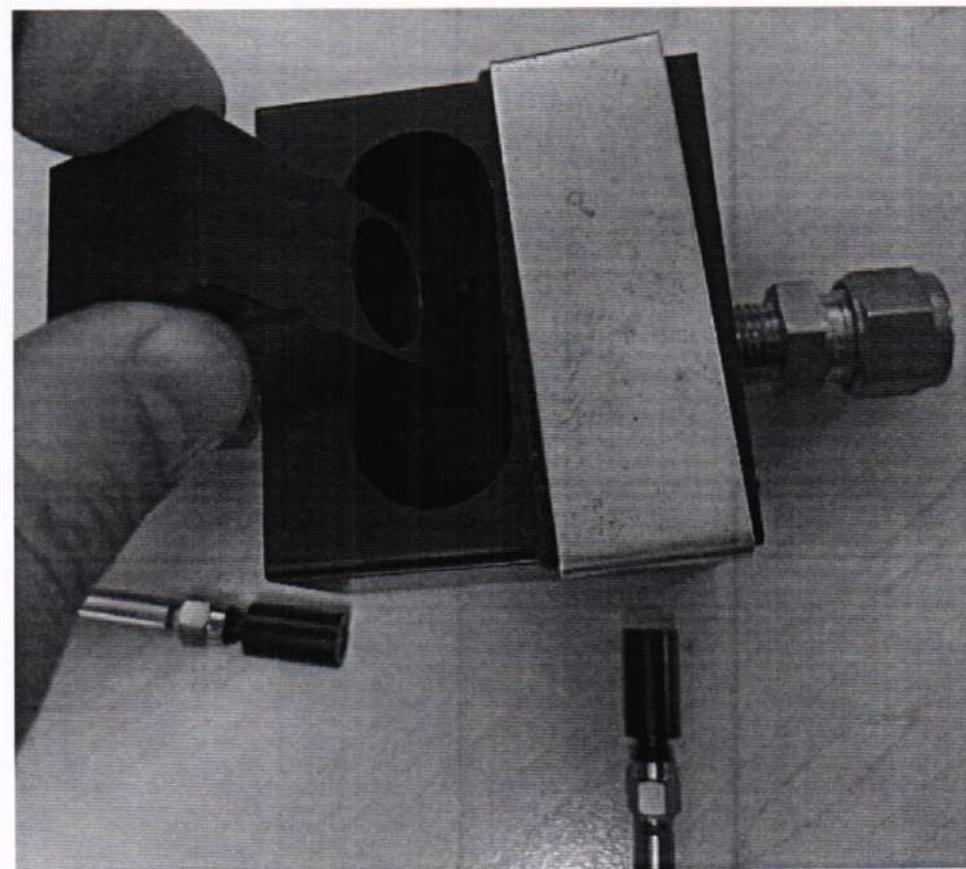
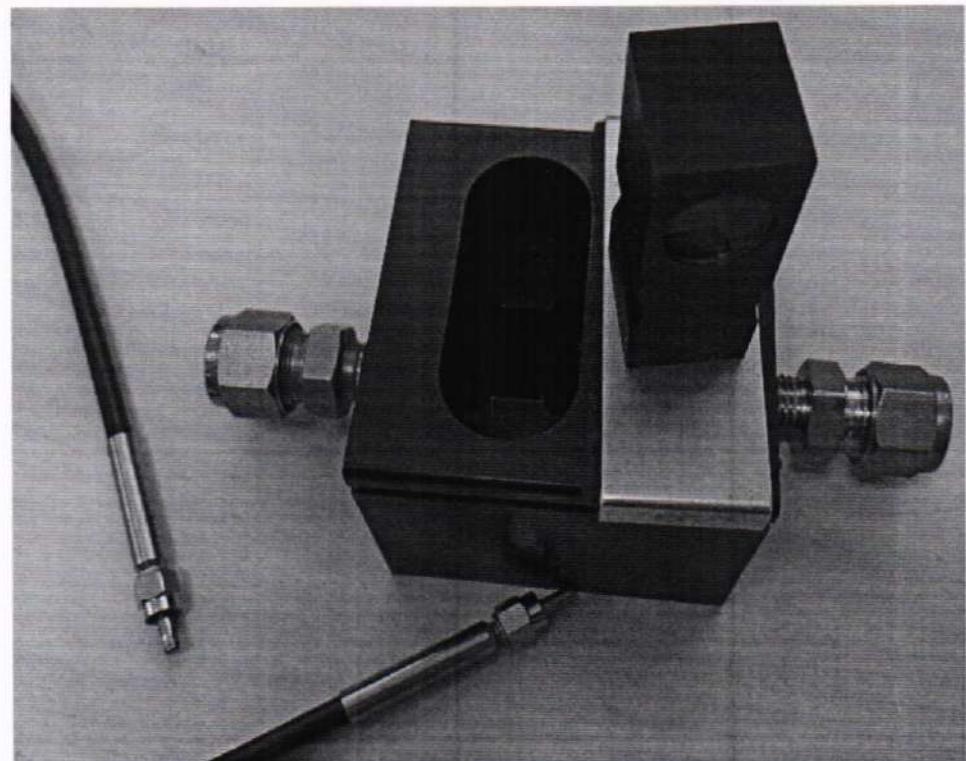


Рисунок 2 – Процедура установки оправы с мерой в держатель

- присоединить оптоволоконные кабели к держателю, закрыть крышку, как показано на рисунке 3;

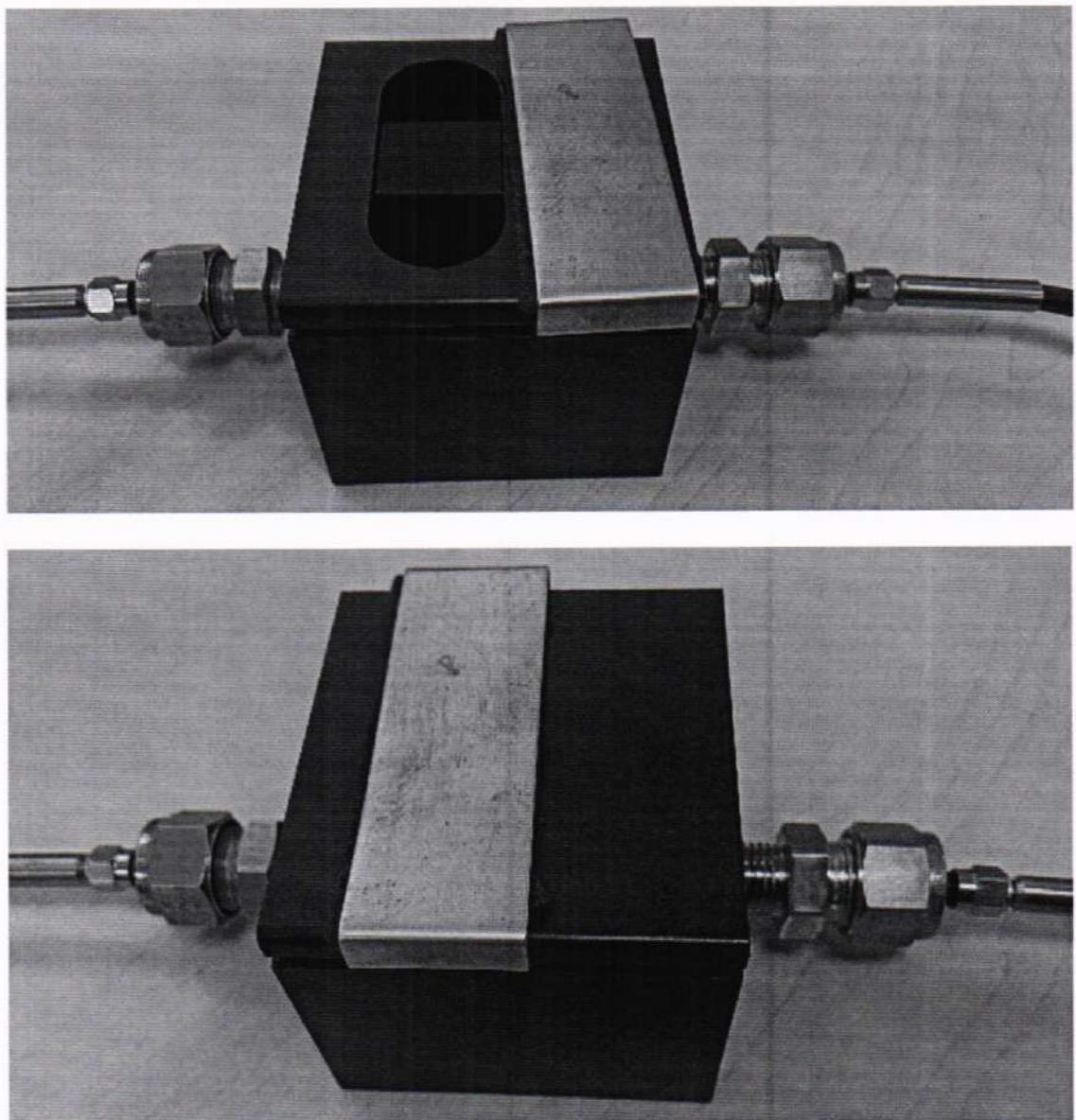


Рисунок 3 – Процедура присоединения оптоволоконного кабеля к держателю

Для проведения поверки спектрометров модификации СПЕКТР-О-СТ-2 с блоком интерферометра ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2211, оснащенных проточными измерительными ячейками, установить положение, соответствующее измерению опорного «пустого» спектра, при этом для приборов с одной проточной ячейкой, шток пневмоцилиндра должен быть в выдвинутом положении, как показано на рисунке 4.

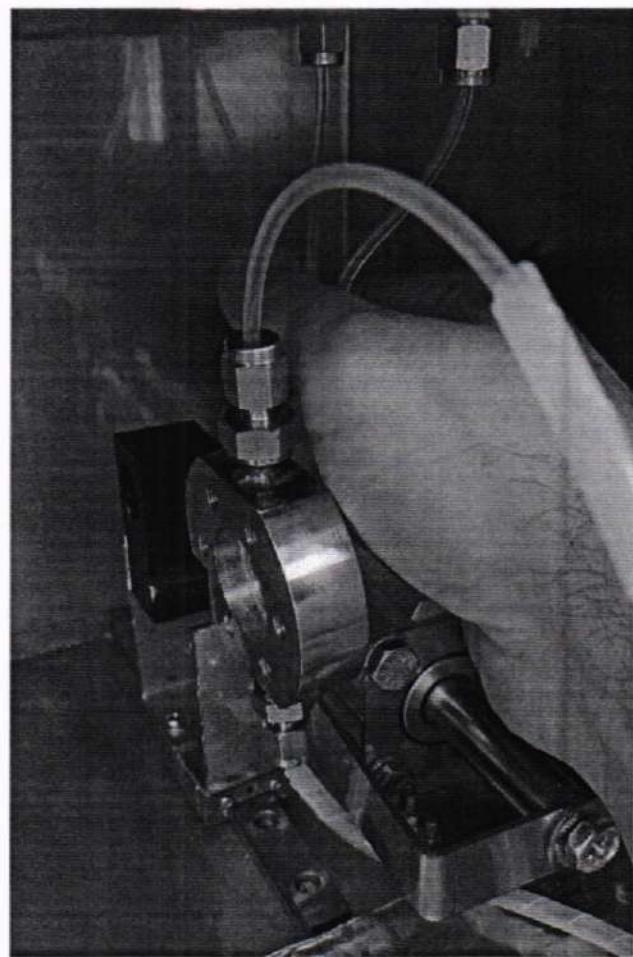
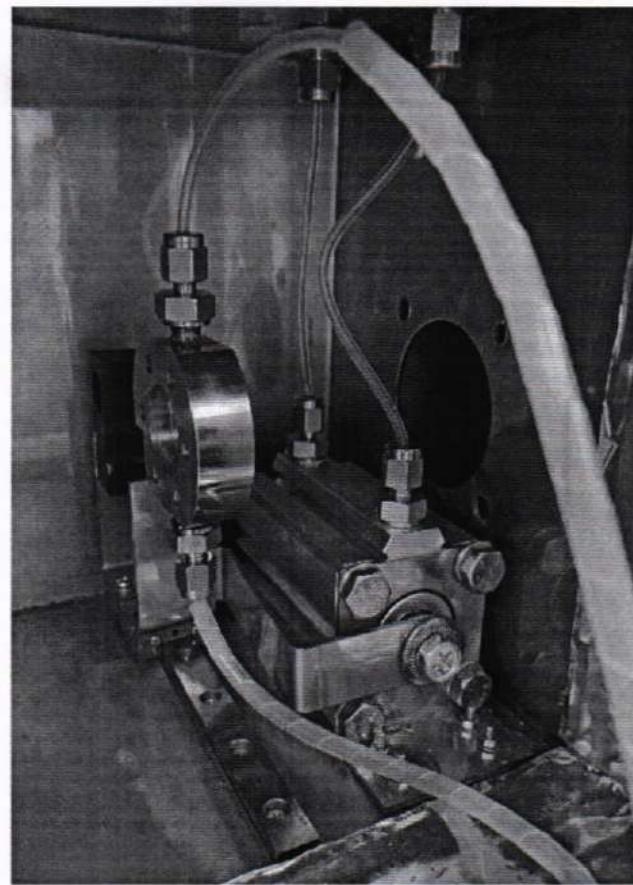


Рисунок 4 – Процедура установки положения измерения опорного «пустого» спектра

Для спектрометров с несколькими проточными ячейками, направляющая с ячейками переводится в крайнее нижнее положение, как показано на рисунке 5.

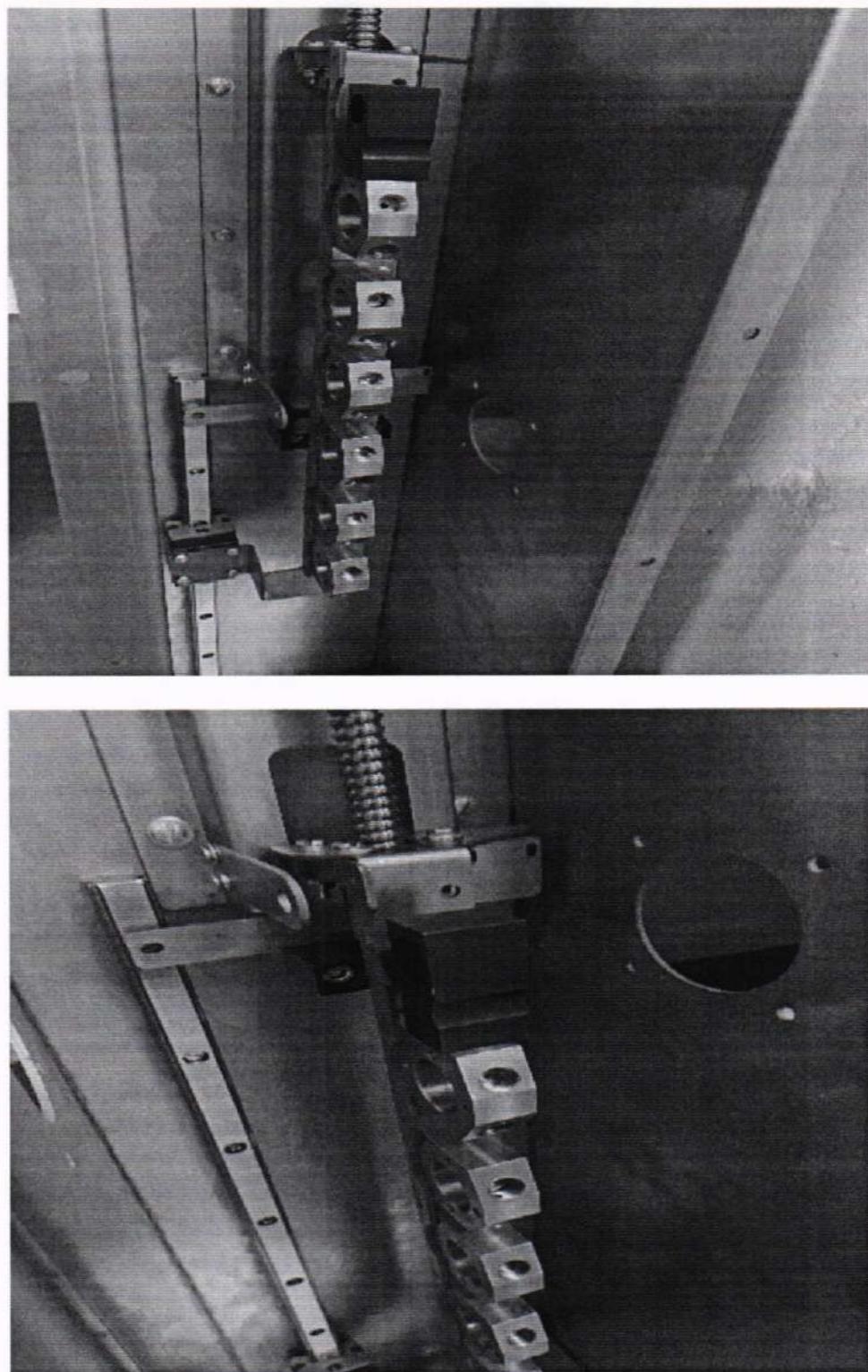


Рисунок 5 – Процедура перевода направляющей с ячейками в крайнее нижнее положение

Установить меру МВЧ-001 в измерительную ячейку спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-2 (с блоком интерферометра ФСМ 2201, ФСМ 2202) или меру BRM 2065 в измерительную ячейку спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-2 (с блоком интерферометра ФСМ 2211).

10.1.4 Провести измерения волновых чисел пиков спектра меры BRM 2065 для спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-1 с использованием ПО OPUS.

10.1.4.1 Нажать кнопку «дополнительный сбор данных» (см. рисунок 6).



Рисунок 6 - Кнопка «дополнительный сбор данных»

10.1.4.2 В открывшемся окне «Измерение» нажать кнопку «загрузить» (см. рисунок 7).

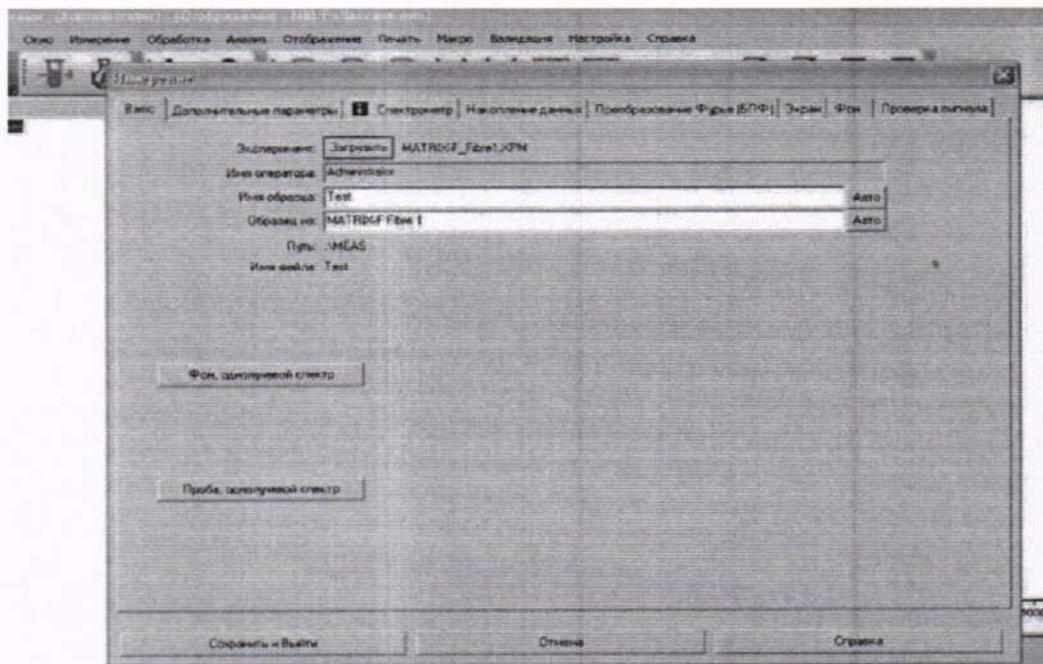


Рисунок 7 - Кнопка «загрузить»

10.1.4.3 Выбрать файл эксперимента «MATRIX-F_Fibre1.XPM» и нажать кнопку «открыть» (см. рисунок 8).

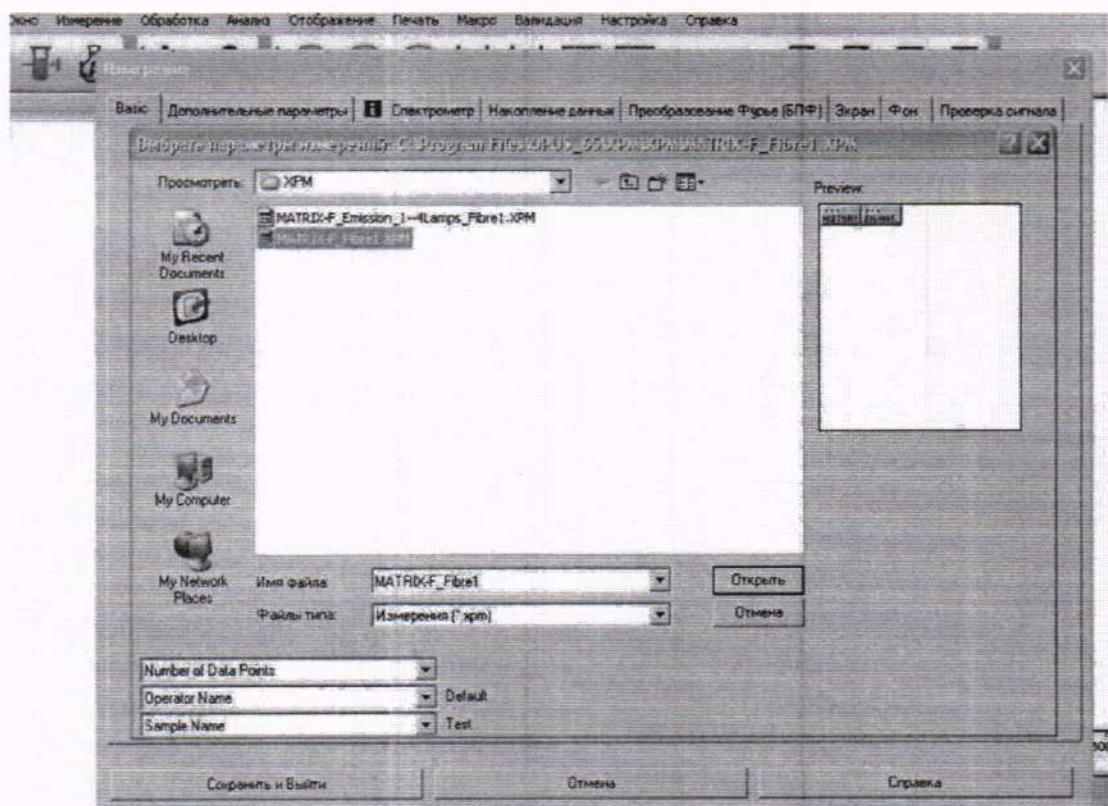


Рисунок 8 - Кнопка «открыть»

10.1.4.4 В закладке «Дополнительные параметры» установить разрешение 2 см^{-1} и время сканирования образца 64 скана. В строке «Путь» указать директорию, в которой будет сохранён спектр (см. рисунок 9).

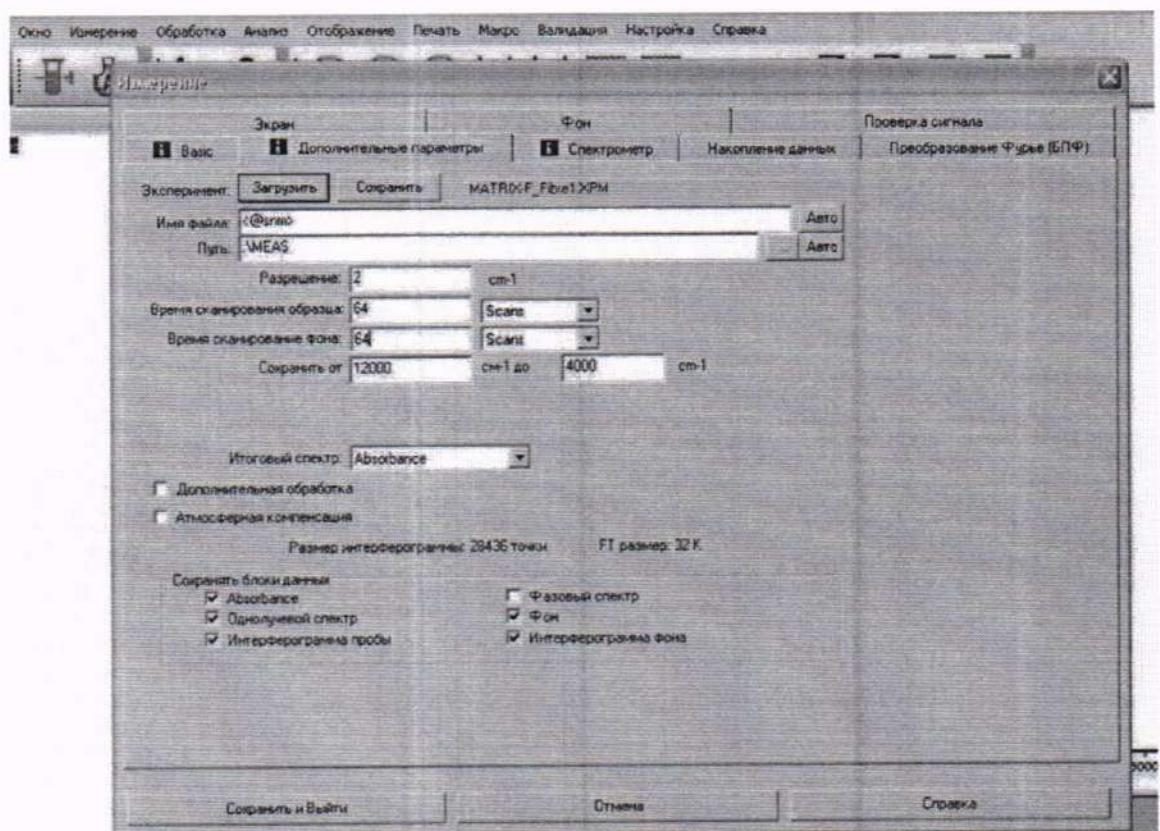


Рисунок 9 - Директория, в которой будет сохранён спектр

10.1.4.5 В закладке «Спектрометр» в строке «Канал измерения» выбрать соответствующий канал измерений (см. рисунок 10).

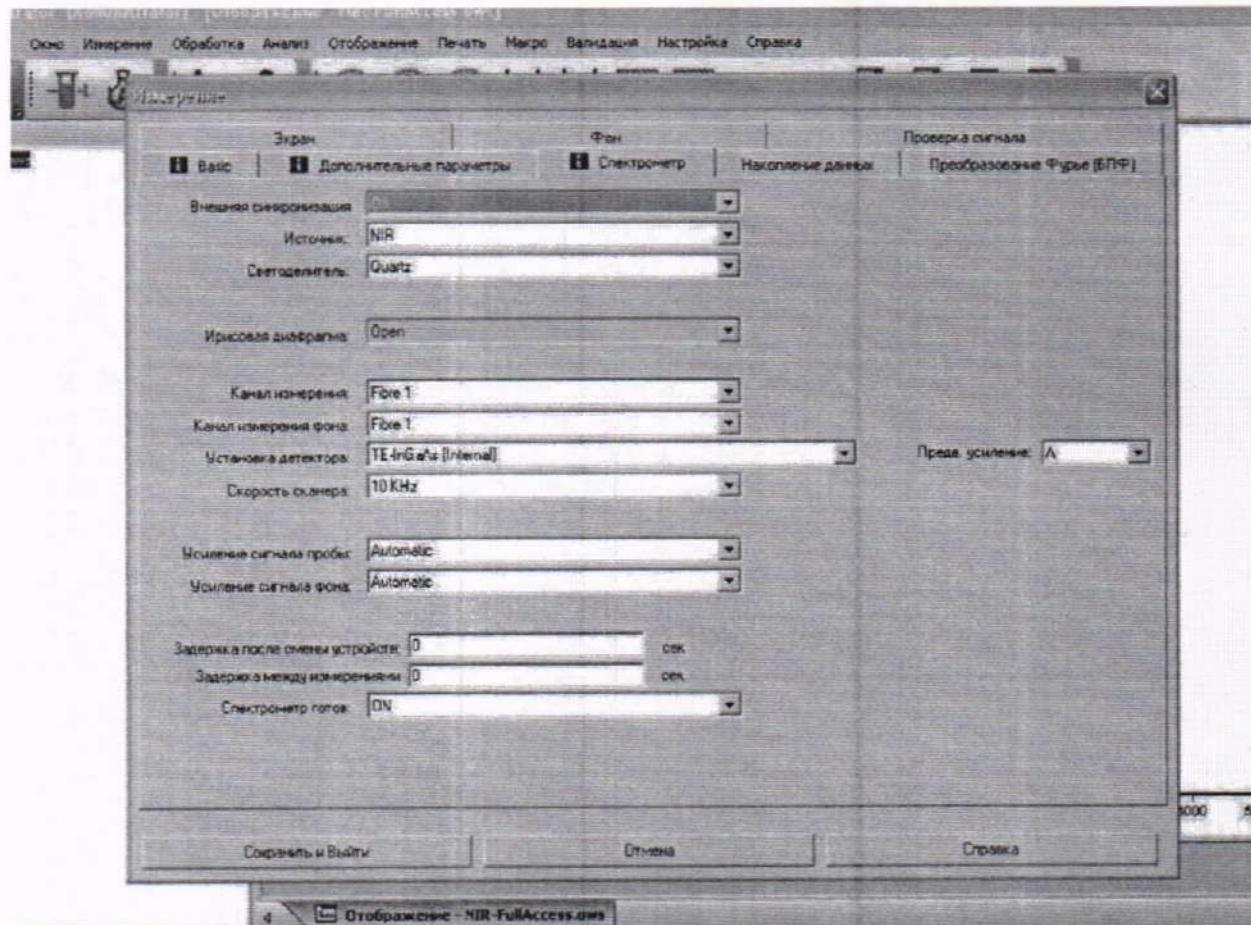


Рисунок 10 - Выбор соответствующего канала измерений

10.1.4.6 В закладке «Basic» ввести имя образца в строке «Имя образца» и нажать кнопку «Фон, однолучевой спектр» (см. рисунок 11).

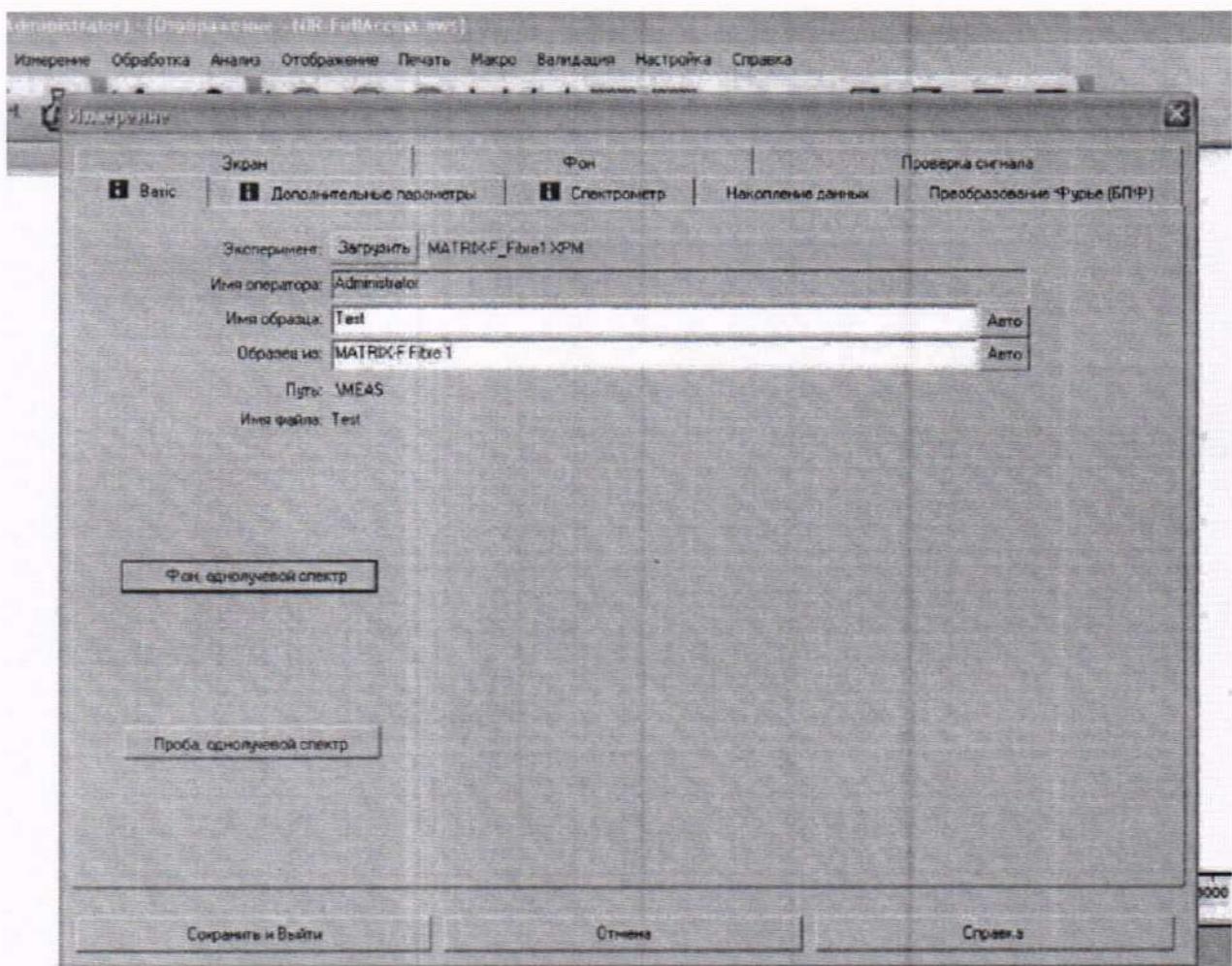


Рисунок 11 - Кнопка «Фон, однолучевой спектр»

10.1.4.7 После регистрации фона нажать кнопку «Проба, однолучевой спектр» (см. рисунок 12).

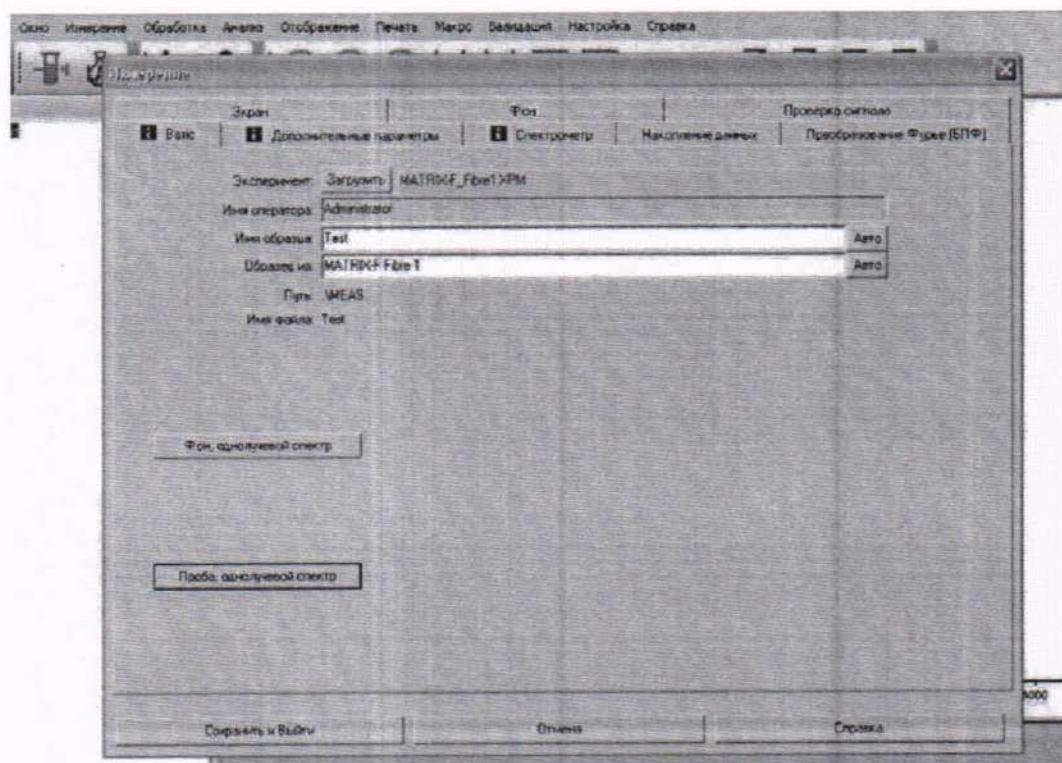


Рисунок 12 - Кнопка «Проба, однолучевой спектр»

10.1.4.8 По окончании сканирования спектр автоматически выводится на экран подключенного к спектрометру ПК (см. рисунок 13).

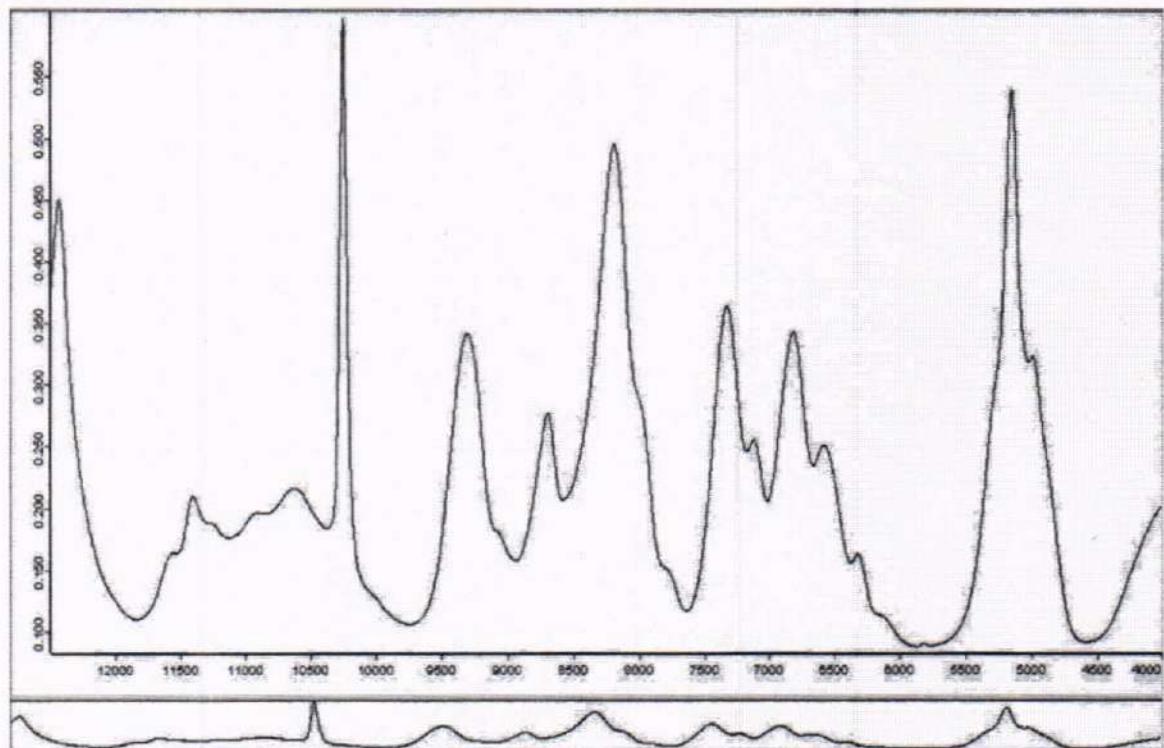


Рисунок 13 – Выведенный на экран спектр

10.1.4.9 Для определения и вывода на экран соответствующие пикам волновые числа в меню «Анализ» выбрать вкладку «Выборка пиков» (см. рисунок 14).

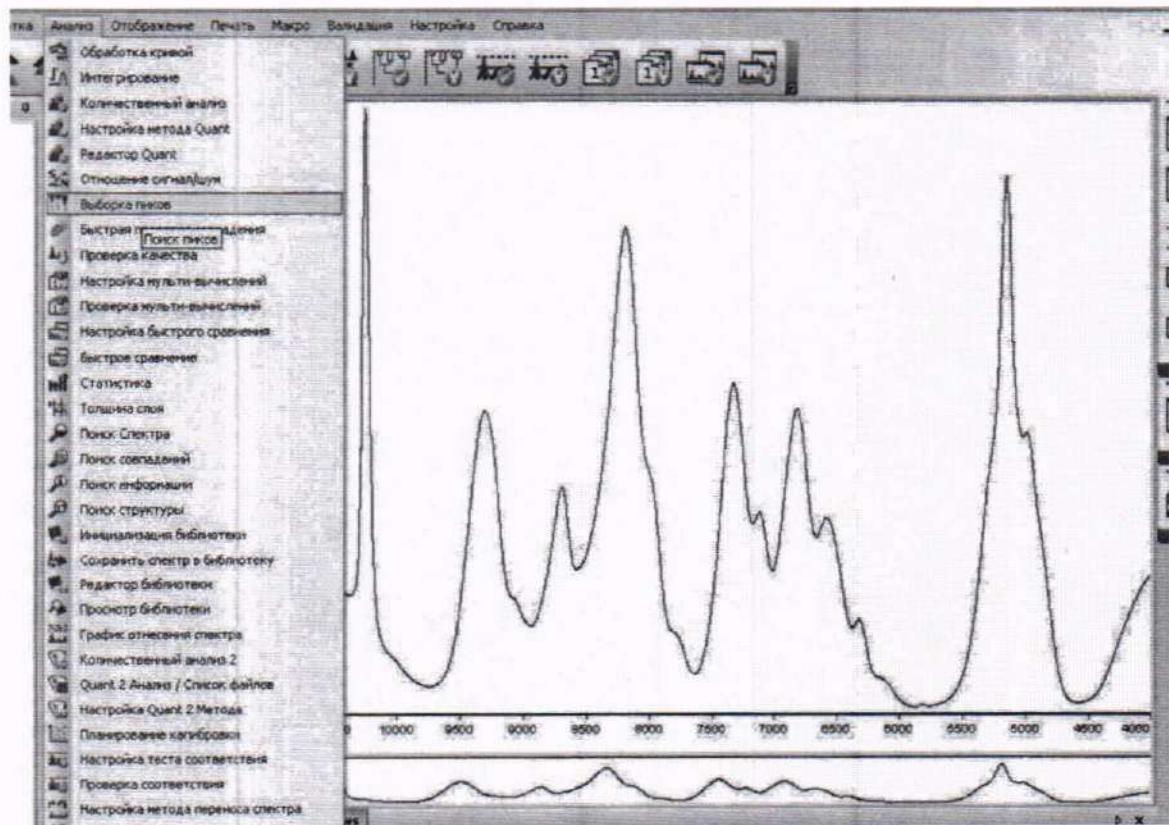


Рисунок 14 - Вкладка «Выборка пиков»

10.1.4.10 Во вкладке «Режим» выбрать «Направление пиков»-«Автоматически», «Метод поиск пиков»-«Стандартный», «Таблица пиков – Заменить». Нажать «Поиск пиков», после чего на экране отобразятся значения волновых чисел для пиков спектра (см. рисунки 15, 16).

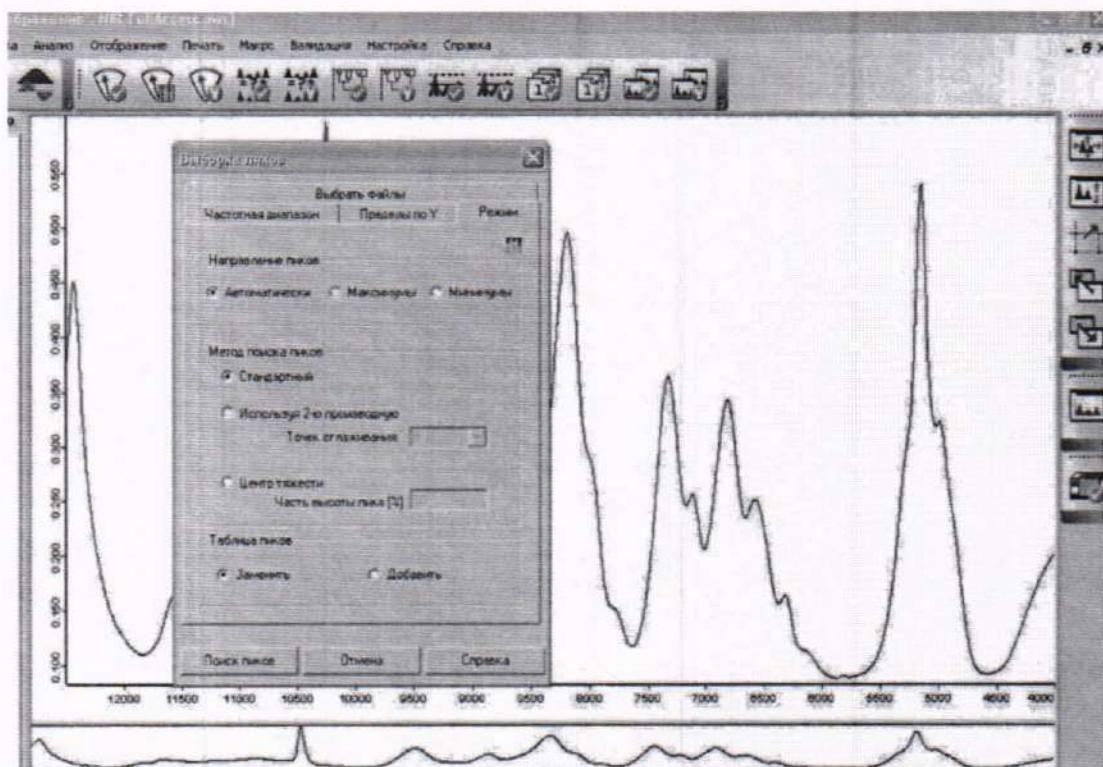


Рисунок 15 – Кнопка «Поиск пиков»

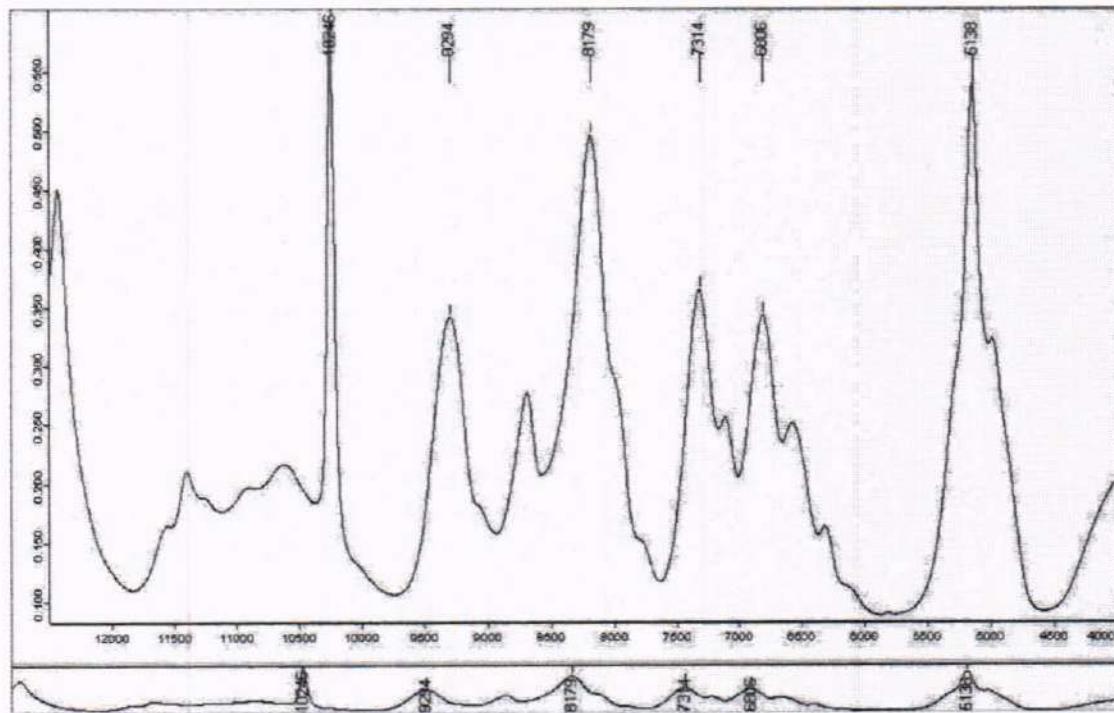


Рисунок 16 - Отображаемые значения волновых чисел

Для выводения на экран списка пиков в виде таблицы, в окне «Навигатор OPUS» выбрать «PEAKS» и правой кнопкой мыши выбрать «Показать список пиков» (см. рисунок 17).

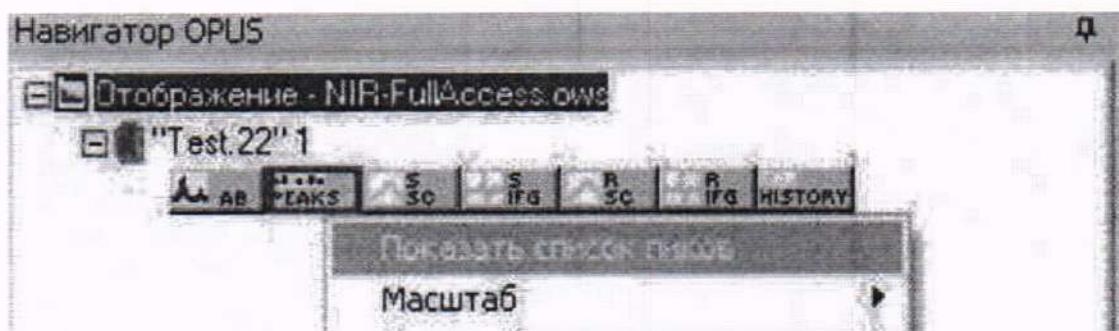


Рисунок 17 – Вкладка «Показать список пиков»

10.1.5 Повторить действия, описанные в п. 10.1.4, ещё 4 раза.

10.1.6 Провести измерения волновых чисел пиков спектра меры МВЧ-001 для спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-2 (с блоком интерферометра ФСМ 2201, ФСМ 2202) или меры BRM 2065 для спектрометра модификации СПЕКТР-О-СТ-2 (с блоком интерферометра ФСМ 2211) с использованием ПО FSpec.

10.1.6.1 Задать в ПО FSpec в панели «Измерения» спектрометра параметры измерений:

- в графе «Режим» указать пропускание «Пропускание»;
- в графе «Диапазон» указать границы диапазона измерений волновых чисел, соответствующих диапазону измерений меры и модификации спектрометра СПЕКТР-О-СТ-2 (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2211);

- в графе «Разрешение» указать разрешение в зависимости от модификации: 1,0 см^{-1} для ФСМ 2201, 0,5 см^{-1} для ФСМ 2202, 2,0 см^{-1} для ФСМ 2211, соответственно;

- в графе «Сканов» указать количество сканов равное 20;
- в графе «Спектр сравнения» указать «Общий»;

10.1.6.2 Провести измерения спектра сравнения. Спектр сравнения снимают при пустом кюветном отделе спектрометра. Для этого убедиться, что кюветный отдел спектрометра пуст. В ПО нажать кнопку «Пуск». Если в панели «Параметры эксперимента» установлен флажок «Запрашивать образец», то перед началом сканирования будет выведен запрос «Установите образец сравнения». После этого необходимо нажать кнопку «OK».

10.1.6.3 Далее программа выводит запрос «Установите измеряемый образец». Необходимо установить в кюветное отделение спектрометра меру МВЧ-001 для диапазона измерений волновых чисел от 3090 до 537 см^{-1} или меру BRM 2065 в диапазоне измерений от 10250 до 5130 см^{-1} и нажать кнопку «OK».

10.1.6.4 По окончанию измерений записать в протокол поверки измеренные значения волновых чисел для меры МВЧ-001 или меры BRM 2065, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания меры, указанным в протоколе поверки на меру.

10.1.6.5 Повторить измерения меры МВЧ-001 или меры BRM 2065 еще 4 раза.

10.2 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений волновых чисел

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое значение каждого волнового числа \bar{v}_i для каждой меры по формуле:

$$\bar{v}_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} v_i^j}{n} \quad (1)$$

где v_i^j – значение волнового числа, см^{-1} , соответствующее минимальным ординатам линий пропускания меры i -го пика спектра при j -м измерении;

n – число измерений, равное 5.

11.1.2 Рассчитать значение абсолютной погрешности $\Delta\nu$ каждой серии измерений по шкале волновых чисел для каждой линии по формуле:

$$\Delta\nu = \bar{\nu}_i - \nu_{0i} \quad (2)$$

где ν_{0i} – действительные значения линий пропускания спектра, см^{-1} , указанные в протоколе поверки на меру BRM 2065 или МВЧ-001.

11.2 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- спектральный диапазон измерений волновых чисел для модификации СПЕКТР-О-СТ-1 составляет от 10250 до 5130 см^{-1} ;
- спектральный диапазон измерений волновых чисел для модификации СПЕКТР-О-СТ-2 с блоком интерферометра ФСМ 2201 и ФСМ 2202 составляет от 7310 до 537 см^{-1} ;
- спектральный диапазон измерений волновых чисел для модификации СПЕКТР-О-СТ-2 с блоком интерферометра ФСМ 2211 составляет от 10250 до 5130 см^{-1} ;
- абсолютная погрешность измерений по шкале волновых чисел в диапазоне волновых чисел св. 5130 до 537 см^{-1} не превышает $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$;
- абсолютная погрешность измерений по шкале волновых чисел в диапазоне волновых чисел от 10250 до 5130 см^{-1} включ. не превышает $\pm 3,5 \text{ см}^{-1}$.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 Спектрометры считаются прошедшими поверку с положительным результатом и допускаются к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае спектрометры считаются прошедшими поверку с отрицательным результатом и не допускаются к применению.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено.

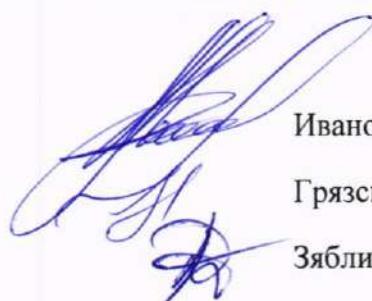
12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4



Иванов А.В.


Грязских Н.Ю.
Зябликов Д.Н.

Приложение А

(Рекомендуемое)

к МП 023.Д4-25 «ГСИ. Фурье-спектрометры инфракрасные СПЕКТР-О.

Методика поверки»

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ **ПЕРВИЧНОЙ** ПОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ

Фурье-спектрометры инфракрасные СПЕКТР-О, рег. номер

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе, регистрационный №)

Модификация:

Тип интерферометра:

Заводской номер:

Год выпуска:

Изготовитель

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

Место проведения поверки:

Применяемая методика поверки: МП 023.Д4-25 «ГСИ. Фурье-спектрометры инфракрасные СПЕКТР-О. Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °C
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр средства измерений:
2. Подготовка к поверке и опробование средства измерений:
3. Проверка программного обеспечения средства измерений:
4. Определение метрологических характеристик средства измерений:

Таблица А.1 – Таблица измерений волновых чисел

	Значения рабочего диапазона волнового числа для меры Мера МВЧ-001/ Мера BRM 2065*, см ⁻¹				
1					
2					
3					
4					
5					
\bar{v}_i см ⁻¹					
$v_{0i} *_i$, см ⁻¹					
Δv , см ⁻¹					

* - значения из протокола поверки для меры волнового числа

Таблица А.2 – Метрологические характеристики

Метрологические характеристики	Требования по описанию типа	Полученные значения	Результат (соответствие)
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см^{-1} модификация СПЕКТР-О-СТ-1 модификация СПЕКТР-О-СТ-2 с блоком интерферометра: - ФСМ 2201 - ФСМ 2202 - ФСМ 2211	от 10250 до 5130 от 7310 до 537 от 7310 до 537 от 10250 до 5130		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см^{-1} - в диапазоне волновых чисел св. 5130 до 537 см^{-1} - в диапазоне волновых чисел от 10250 до 5130 см^{-1} включ.	$\pm 1,0$ $\pm 3,5$		

5. Заключение по результатам поверки:

По результатам поверки средство измерений Фурье-спектрометр инфракрасный СПЕКТР - О модификация _____ заводской № _____ соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению.

Начальник отдела:

Дата поверки:

Подпись _____ Фамилия И.О.

Поверитель:

Подпись _____ Фамилия И.О.