

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по производству
ФГУП «ВНИИОФИ»



Р.А. Родин
«20» марта 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRSpirit-L и IRSpirit-T

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 023.Д4-18**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«20» марта 2018 г.

Москва
2018 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRSpirit-L и IRSpirit-T (далее по тексту – спектрофотометры), предназначенные для измерения оптических спектров пропускания органических и неорганических веществ по шкале волновых чисел в инфракрасном (ИК) диапазоне, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел (стандартный, для среднего ИК-диапазона, для ближнего ИК-диапазона)* и расчет абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Определение отношения сигнал/шум	8.4.2	Да	Да
7	Определение спектрального разрешения	8.4.3	Да	Да

* - допускается проведение поверки по одному из перечисленных спектральных диапазонов по шкале волновых чисел в соответствии с заявлением владельца поверяемого спектрофотометра

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

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	<p>1 Мера волнового числа МВЧ-001 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 67321-17) спектральный диапазон по шкале волновых чисел: от 3100 до 537 см⁻¹; номинальные значения воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания и их допускаемые отклонения, см⁻¹: 3082 ± 10; 3060 ± 10; 2849 ± 10; 1943 ± 10; 1802 ± 10; 1601 ± 10; 1154 ± 10; 1028 ± 10; 841 ± 10; 540 ± 10; пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания ± 0,5 см⁻¹.</p> <p>2 Мера волновых чисел BRM 2065 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 61340-15) спектральный диапазон: от 12000 до 4000 см⁻¹; номинальные значения характеристических полос поглощения (при T=25 °C), см⁻¹: 5138,5 ± 10,0; 6805,3 ± 10,0; 7313,8 ± 10,0; 8179,4 ± 10,0; 9294,1 ± 10,0; 10245,6 ± 10,0; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения полос поглощения ± 0,5 см⁻¹.</p>

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрофотометров с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации спектрофотометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 Спектрофотометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-81, ГОСТ 12.1.040-83. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-74. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей»,

утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации спектрофотометров.

5.4 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.

5.5 При использовании легковоспламеняющихся и токсичных растворителей для пробоподготовки необходимо обеспечить эффективную вентиляцию лабораторного помещения; иначе существует возможность отравления персонала и воспламенения испарений.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С..... 23 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 70
- атмосферное давление, мПа..... от 94 до 106

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров, вызывающих коррозию.

6.3 Спектрофотометры не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не устанавливайте их около окна.

6.4 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п., чтобы крышка прибора не нагревалась (до 70 °С или больше). Допускаемый перепад температуры в течение поверки – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Проверить, чтобы цвет индикаторной бумаги на кассете с силикагелем, расположенной на задней панели спектрофотометра, не был белого или розового цвета. Если он белый или розовый, то оптические элементы интерферометра спектрофотометра могут быть повреждены.

7.2 Присоединить стандартный кабель электропитания к спектрофотометру и подключить его к сети электропитания. Включить прибор, нажав на кнопку включения прибора, расположенную на верхней панели. При этом на передней панели прибора должен загореться оранжевый световой индикатор влажности.

7.3 Соединить кабелем USB персональный компьютер с установленным на нем программным обеспечением LabSolutions IR и спектрофотометр. Проверить, что окно технического обслуживания закрыто, и что крышка кюветного отделения закреплена.

7.4 Активировать приложение LabSolutions IR. Для этого дважды кликнуть на иконке LabSolutions IR рабочего стола или выберите в меню LabSolutions IR (см. рисунок 1).

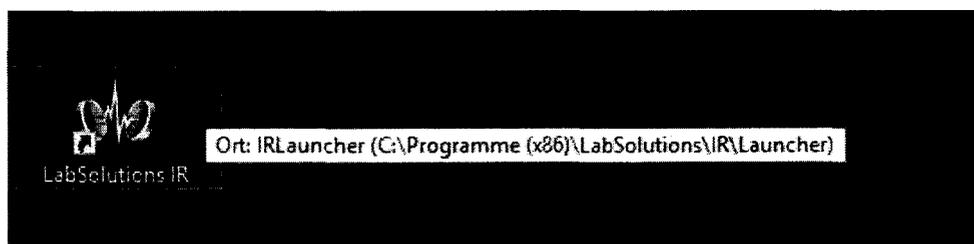


Рисунок 1

7.5 Выбрать [Tool]-[Instrument Preferences]-[Instrument Type] (см. рисунок 2), затем в качестве "Scanning FTIR Module" выбрать "IRSpirit". Кликнуть по кнопке [OK].

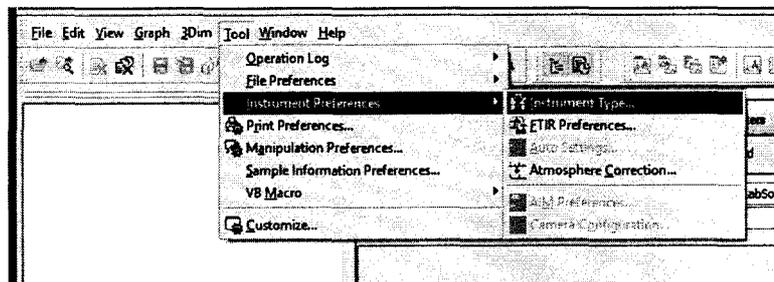


Рисунок 2

7.6 Проверить, чтобы в рабочем пространстве кюветного отделения ничто не препятствовало прохождению луча.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрофотометров должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрофотометров;
- соответствие комплектности спектрофотометров требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях спектрофотометров повреждений, влияющих на их работоспособность;
- окошко кюветного отделения должно быть прозрачным.

8.1.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 В главном окне программы LabSolutions IR выбрать пункт [Initialize] (Инициализация) в закладке [Instrument] (Прибор) (см. рисунок 3).

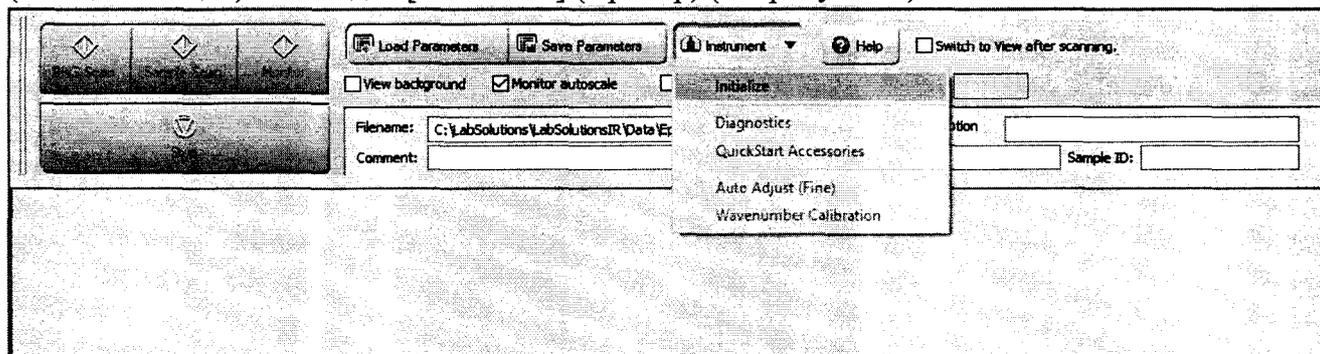


Рисунок 3

Выполняется автоматическая диагностика по следующим обязательным параметрам:

- Checking control parameters (Проверка параметров управления)
- Checking laser (Проверка лазера)
- Checking light source (Проверка источника излучения)
- Checking detector (Проверка детектора)
- Checking moving mirror (Проверка подвижного зеркала)
- Checking stability of laser temperature (Проверка стабильности температуры лазера)
- Checking stability of moving mirror (Проверка стабильности подвижного зеркала)

Результат диагностики будет записан в рабочий протокол и в качестве файла результата, который сохраняется в подпапке "Diagnostics" (Диагностика) папки, в которой установлено LabSolutions IR. Когда проверка каждого пункта завершена, в протокол записывается значение "Pass" или ставится галочка зеленого цвета (см. рисунок 4). Если

проверка пункта прошла не успешно, то в протокол записывается "Fail" или ставится галочка красного цвета.

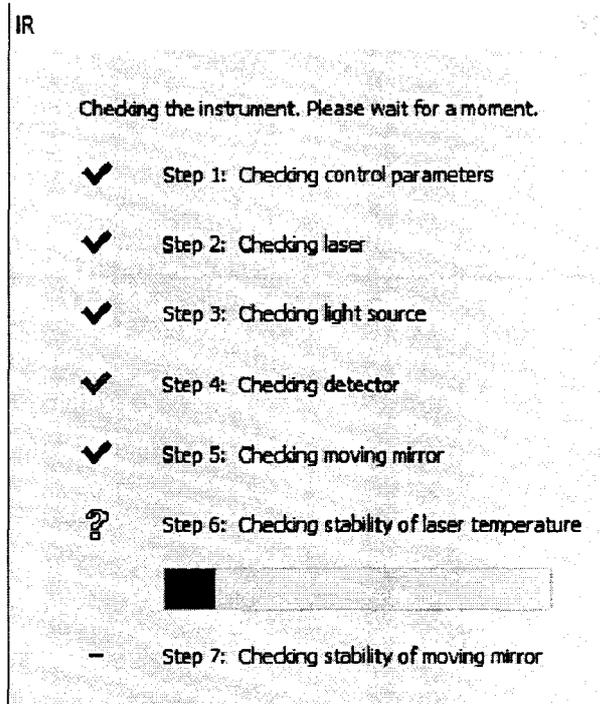


Рисунок 4

8.2.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию опробования, если после прохождения автоматической диагностики в протоколе все параметры отмечены галочкой зеленого цвета.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрофотометры.

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрофотометров необходимо в главном окне программы LabSolutions IR зайти во вкладку Help и затем нажать на раздел About. После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 5).

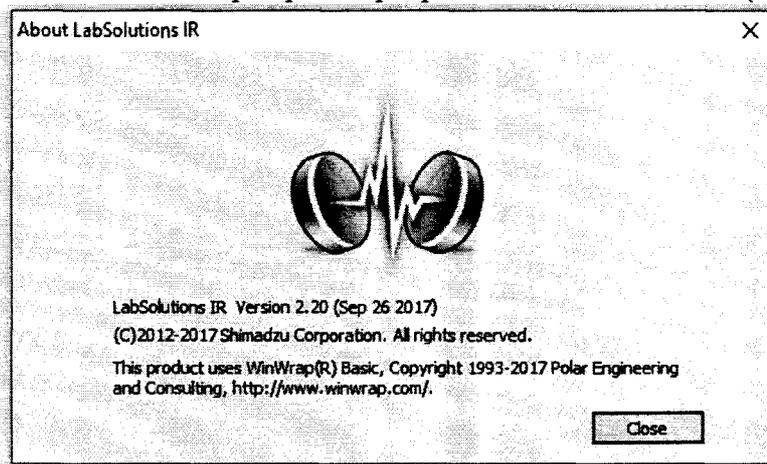


Рисунок 5

8.3.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions IR
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.02 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел (стандартный, для среднего ИК-диапазона, для ближнего ИК-диапазона) и расчет абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

8.4.1.1 В главном окне программы LabSolutions IR нажать функциональную кнопку [Spectrum], провести установки всех необходимых параметров в программе LabSolutions IR: Режим измерения [Measurement Mode] - Transmittance (%T) (Пропускание); установить функцию аподизации [Apodization] - Happ-Genzel (Гаппа-Генцеля); установить количество сканирований [No. of Scans] 5. Открыть опускающееся меню, затем установить разрешение, которое будет использоваться при измерении [Resolution] 2 см⁻¹. Установить интервалы сканирования [Range (cm⁻¹)] – от 7800 до 537; от 3100 до 537; от 7800 до 4000 в зависимости от требований заказчика.

8.4.1.2 Для спектрофотометров, работающих в стандартном или среднем ИК диапазоне установить в отсек проб Меры волнового числа МВЧ-001. Записать спектр поглощения пленки, нажав на кнопку [Sample] (Проба). Начнется измерение меры, при этом в строке состояния в нижнем левом углу экрана можно наблюдать информацию о ходе процесса измерения. После окончания измерения нажмите кнопку Calc (Расчет) для высвечивания результата определения пиков. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения (3082 ± 10; 3060 ± 10; 2849 ± 10; 1943 ± 10; 1802 ± 10; 1601 ± 10; 1154 ± 10; 1028 ± 10; 841 ± 10; 540 ± 10 см⁻¹). Для показа или скрытия таблицы пиков открыть меню, кликнуть правой клавишей в окне спектра (Spectrum window) и нажать [Show Peak Table] (Показать таблицу пиков). Операцию повторить 5 (пять) раз.

8.4.1.3 Для спектрофотометров, работающих в стандартном или ближнем ИК диапазоне установить в отсек проб Меры волновых чисел BRM 2065. Провести измерения согласно п. 8.4.1.2 для линий поглощения (5138,5 ± 10,0; 6805,3 ± 10,0; 7313,8 ± 10,0 см⁻¹).

8.4.1.4 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в п.п. 8.4.1.2 и 8.4.1.3 настоящей методики поверки рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел $\bar{\nu}_i$, см⁻¹ по формуле (1):

$$\bar{\nu}_i = \frac{\sum_i^n \nu_i}{5} \quad (1)$$

где ν_i – значения волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения, см⁻¹.

8.4.1.5 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел для каждой линии по формуле (2):

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

где ν_{oi} – действительные значения линий поглощения спектра, см⁻¹ (из свидетельства о поверке или сертификата калибровки на меры волновых чисел).

8.4.1.6 За абсолютную погрешность принимают наибольшее значение $\Delta \nu$ для каждой линии.

8.4.1.7 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон по шкале волновых чисел составляет для стандартного диапазона от 7800 до 537 см⁻¹; для среднего ИК-диапазона от 3100 до 537 см⁻¹; для ближнего ИК-диапазона от 7800 до 4000 см⁻¹, а значения абсолютной погрешности измерений по шкале

волновых чисел не превышают $\pm 1,5 \text{ см}^{-1}$.

8.4.2 Определение отношения сигнал/шум

Определяется как среднее отношение сигнал-шум 100% линии пропускания. 100% линия пропускания определяется как отношение двух однолучевых спектров пустого кюветного отделения. Сигнал-шум определяется измерением максимального отклонения от 100 % линии пропускания.

Сканирование фона последовательно производится при разрешении 4 см^{-1} , скорости зеркала 2,8 мм/с, функции аподизации Sqr-Triangle, количество сканирований 45, интегрирование производится в течение одной минуты и используется шум вблизи 2200 см^{-1} , чтобы избежать влияния пиков водяного пара (около от 4500 до 3500 см^{-1} и от 2100 до 1300 см^{-1}) и CO_2 (около от 2400 до 2300 см^{-1}).

8.4.2.1 В меню LabSolutions IR выбрать вкладку Macro, во вкладке Macro выбрать пункт PerformanceCheck_IRSpirit (см. рисунок 6), программа запустится автоматически после нажатия кнопки [Run].

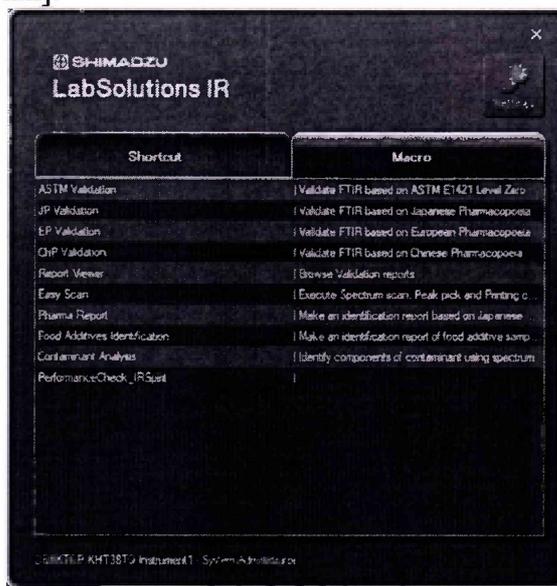


Рисунок 6

После выполнения программы на экран выводится значение отношения сигнал/шум (см. рисунок 7).

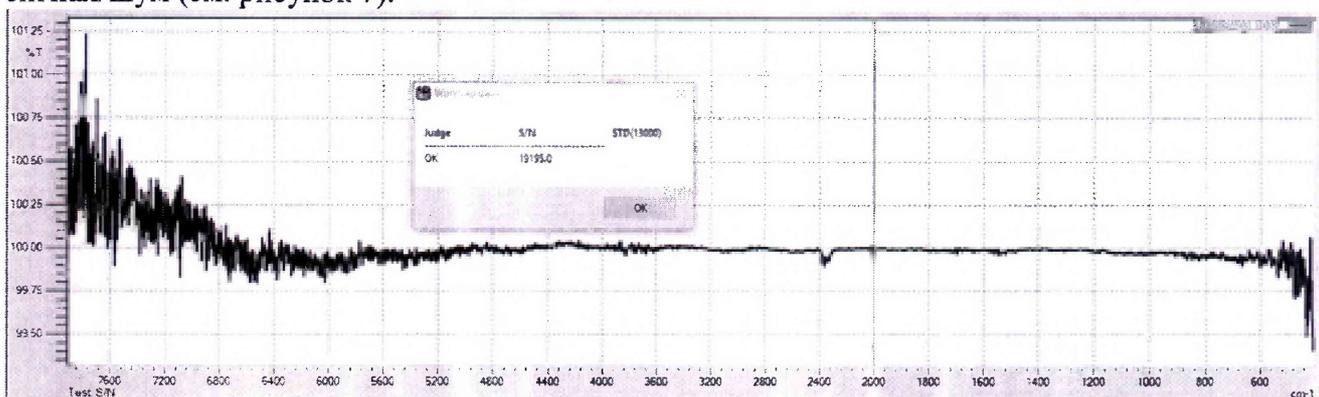


Рисунок 7

8.4.2.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение соотношения сигнал/шум не ниже:

для модели IRSpirit-L не менее

- **13 000:1** с окном кюветного отделения из KBr;

- **10 000:1** с окном кюветного отделения из KRS-5;

для модели IRSpirit-T не менее

- **30 000:1** с окном кюветного отделения из KBr;

- 23 000:1 с окном кюветного отделения из KRS-5.

8.4.3 Определение спектрального разрешения

8.4.3.1 Для определения спектрального разрешения спектрофотометров записать линии поглощения в диапазоне волновых чисел от 1467 до 1460 см^{-1} в однолучевом режиме с максимальным разрешением. Количество сканов 32, функция аподизации NON. Определить ширину на полувысоте самого узкого пика в этом диапазоне. Спектральное разрешение в Фурье - спектрофотометрах инфракрасных регулируется шириной щели, через которую излучение проходит к детектору. Чем она меньше, тем лучше разрешение. Однако при уменьшении размеров щели падает освещенность фотоприемника, из-за чего усложняется получение спектров. Поэтому для подтверждения спектрального разрешения спектрофотометра достаточно определить ширину на полувысоте самого узкого пика при максимальном разрешении (2 см^{-1}).

8.4.3.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральное разрешение не превышает 2 см^{-1} .

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 1).

9.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Спектрофотометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

А.Н. Шобина

Инженер 1 категории ФГУП «ВНИИОФИ»

Д.Н. Зябликов

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки
«Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRSpirit-L и IRSpirit-T»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки

от «_____» _____ 201__ года

Средство измерений: Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRSpirit-L/ IRSpirit-T
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____ **№/№** _____

Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 023.Д4-18 «Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRSpirit-L и IRSpirit-T. Методика поверки»,
утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 20 марта 2018 года.

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С 23 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более 70
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица 1.1 Фурье - спектрофотометр инфракрасный IRSpirit-L

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
		IRSpirit-L
Спектральный диапазон по шкале волновых чисел, см ⁻¹ стандартный для среднего ИК-диапазона для ближнего ИК-диапазона		от 7800 до 537 от 3100 до 537 от 7800 до 4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		±1,5
Спектральное разрешение, см ⁻¹		2, 4, 8, 16
Отношение сигнал/шум, не менее - разрешение 4 см ⁻¹ , интегрирование в течение одной минуты, около 2200 см ⁻¹ , пик к пику, аподизация Square-Triangle - окно кюветного отделения из KBr - окно кюветного отделения из KRS-5		13000:1 10000:1

Таблица 1.2 Фурье - спектрофотометр инфракрасный IRSpirit-T

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
		IRSpirit-T
Спектральный диапазон по шкале волновых чисел, см ⁻¹ стандартный для среднего ИК-диапазона для ближнего ИК-диапазона		от 7800 до 537 от 3100 до 537 от 7800 до 4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		±1,5
Спектральное разрешение, см ⁻¹		2, 4, 8, 16
Отношение сигнал/шум, не менее - разрешение 4 см ⁻¹ , интегрирование в течение одной минуты, около 2200 см ⁻¹ , пик к пику, аподизация Square-Triangle - окно кюветного отделения из KBr - окно кюветного отделения из KRS-5		30000:1 23000:1

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

_____ подписи, ФИО, должность