


УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»



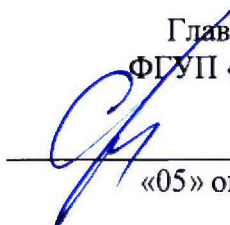

И.С. Филимонов
«05» октября 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ИК-Фурье-спектрометры ALPHA II

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 067.Д4-18**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Неода
«05» октября 2018 г.

Москва
2018 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на ИК-Фурье-спектрометры ALPHA II (далее – спектрометры), предназначены для измерения оптических спектров пропускания, диффузного и зеркального отражения, нарушенного полного внутреннего отражения в инфракрасном (ИК) диапазоне; определения концентрации различных органических и неорганических веществ в твёрдой, жидкой и газообразной фазах, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

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 – Операции при проведении первичной и периодической поверок

№ 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 измерений по шкале волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Расчет абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	8.4.2	Да	Да
7	Определение спектрального разрешения	8.4.3	Да	Да

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 - Средства поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4	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 .

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 спектрометров с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации спектрометров, 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 Спектрометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. 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 по ГОСТ Р 12.1.019-2009, а также требования руководства по эксплуатации спектрометров.

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.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 18 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106.

6.2 Спектрометры не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не устанавливайте их около окна.

6.3 Рядом со спектрометрами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Проверить наличие средств поверки спектрометров, указанных в таблице 2, укомплектованность их документацией и необходимыми элементами соединений.

7.2 Изучить руководство по эксплуатации спектрометров.

7.3 Выдержать спектрометры в течение 40 минут в условиях указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

7.4 Установить модуль для измерения оптических спектров пропускания из состава спектрометра.

7.5 Подключить спектрометр к персональному компьютеру (далее - ПК) с помощью порта на задней панели и кабеля передачи данных из его комплекта (см. рисунок 1) в соответствии с руководством по эксплуатации.

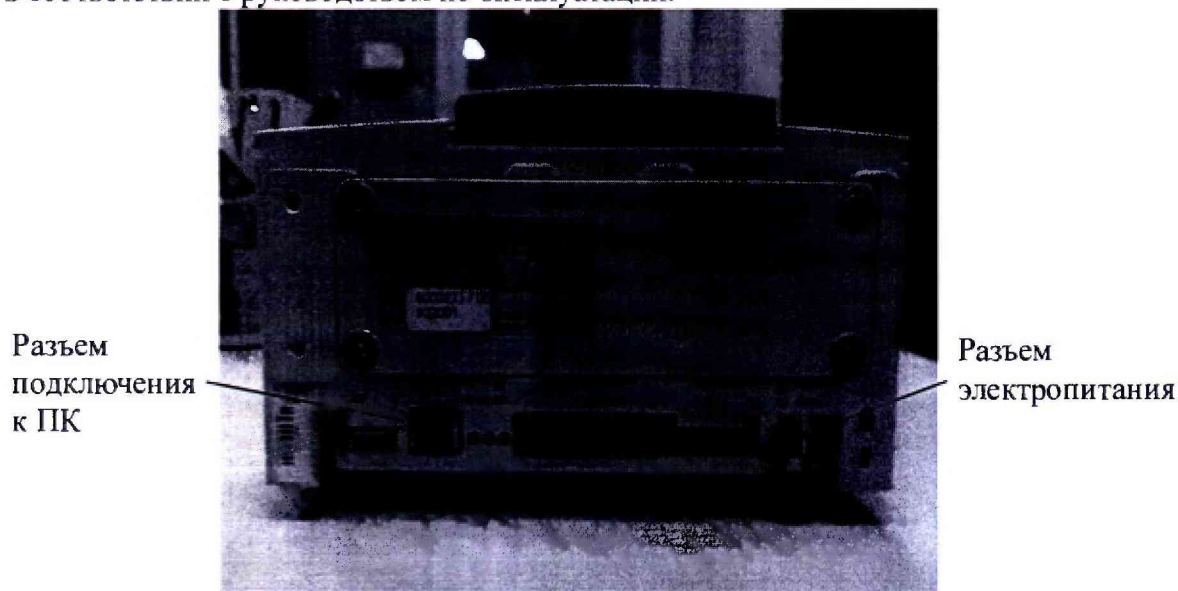


Рисунок 1 - Задняя панель спектрометра

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрометра должно быть установлено:


- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрометра;
- соответствие комплектности спектрометра требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность;

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

8.2 Опробование

8.2.1 Для включения спектрометра разъем электропитания на задней панели при помощи шнура из его комплекта подключают к источнику переменного тока, (см. рисунок 1) в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2.2 Спектрометр проходит процесс инициализации, во время которого на передней панели спектрометра загорается желтый индикатор. После завершения инициализации индикатор горит зеленым.

8.2.3 Активируют программное обеспечение «OPUS™» (далее - ПО) двойным нажатием по ярлыку «OPUS™»  на рабочем столе ПК.

8.2.4 Несанкционированный доступ к ПО возможно исключить посредством ограничения прав учетной записи пользователя. Пароли для разных уровней доступа устанавливает и имеет возможность изменять администратор.

При запуске ПО открывается окно запроса пароля, необходимо ввести пароль и затем выбрать кнопку «Логин» (см. рисунок 2).



Рисунок 2 – Окно ввода пароля

8.2.5 При появлении окна «О программе OPUS» нажать «ОК». После чего запускается ПО и на экране появляется основное рабочее окно (см. рисунок 3).



Рисунок 3 - Рабочее окно ПО

8.2.6 Спектрометр автоматически проходит прогрев, во время которого строка состояния внизу рабочего окна ПО окрашивается зеленым, а так же указывается процесс прохождения прогрева. По завершении прогрева строка состояния внизу экрана сообщает о готовности спектрометра к работе.

8.2.7 В рабочем окне зайти в меню «Валидация» - «Настройка OVP», в вкладке «Настройка канала OVP: Теста» и нажать кнопку «Измерение OVP» (см. рисунок 4).



Рисунок 4 - Настройка OVP

Длина волны лазера автоматически калибруется и корректируется. По окончании настройки длины волны лазера, в открывшемся диалоговом окне, нажать кнопку «ОК».

8.2.8 В рабочем окне зайти в меню «Валидация» выбрать пункт «Запустить OVP-Тесты», в открывшемся диалоговом окне в вкладке «OVP - Запустить Тесты» установить настройки в соответствии с рисунком 5.

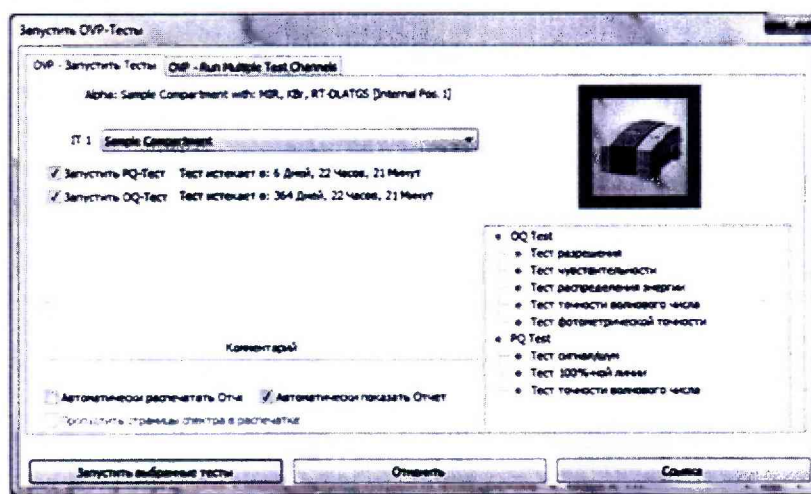


Рисунок 5 - Запустить OVP-Тесты

Нажать «Запустить выбранные тесты». Спектрометр автоматически проходит тесты «OQ» и «PQ». Во время прохождения теста внизу рабочего окна ПО строка состояния окрашивается зеленым, а так же отображается информацию о процессе прохождения тестов.

8.2.9 По завершении тестов на рабочем экране отображаются протоколы с результатами прохождения теста. Файлы с результатами тестов автоматически сохраняются на ПК в рабочей папке программы OPUS» в каталоге «Validation» в папке «Reports» формате pdf. Если тест проведен успешно, то внизу протокола указывается «Пройден» и все пункты прошедшие тест отмечены зелеными галочками. Если тест не пройден, то напротив пункта стоит красный крест.

8.2.10 Определение отношения сигнал/шум проводят измерения по парам воды в атмосфере. Программное обеспечение выполняет автоматическую проверку отношения сигнал/шум в п. 8.2.8. Результаты измерений выводятся на экран ПК в виде отчета «OQ Протокол теста», раздел «Тест чувствительности/Sensitivity Test» (см. рисунок 6).

Тест чувствительности			
Диапазон измерения, Начало:	2200.00 см-1	Диапазон измерения, Конец:	2100.00 см-1
Минимальный S/N:	2000	Измеренный S/N:	6606.20

Рисунок 6 - Тест чувствительности

8.2.11 Определение спектрального разрешения измерения проводят по парам воды в атмосфере. Программное обеспечение выполняет автоматическую проверку в п. 8.2.8. Спектрометры проверяются при самом высоком разрешении, измеряя пиковую ширину воды в открытом образце луча. Для определения спектрального разрешения спектрометров записывают линии поглощения волновых чисел на длине волны $1554,00 \text{ см}^{-1}$ в однолучевом режиме с максимальным разрешением. Программно определяется ширина на полувысоте самого узкого пика в этом диапазоне. Результаты измерений выводятся на экран ПК в виде отчета «OQ Протокол теста», раздел «Тест разрешения / Resolution Test» (см. рисунок 7).

Тест разрешения			
Пик паров воды:	1554.35 см^{-1}	Измеренное разрешение:	1.63 см^{-1}
Макс. разрешение:	2.00 см^{-1}		

Рисунок 7 – Тест разрешения

8.2.12 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если после прохождения автоматической диагностики в протоколе все измеренные параметры отмечены зелеными галочками, в результатах теста указано «Пройден», полученное значение отношения сигнал/шум не менее 2000, спектральное разрешение не превышает $2,00 \text{ см}^{-1}$.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

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

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрометров необходимо в главном окне ПО (см. рисунок 4) зайти во вкладку «Справка» и затем выбрать на раздел «О программе». На рабочем окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 8).

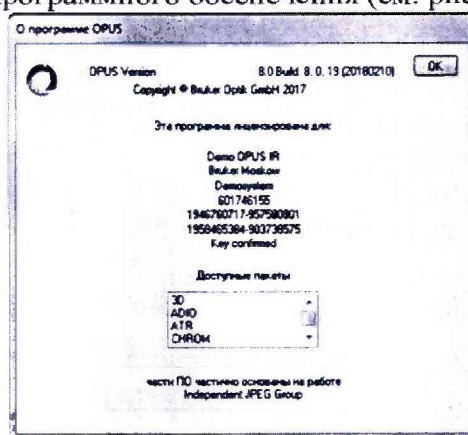


Рисунок 8 - Идентификационные данные программного обеспечения

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

Таблица 3 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OPUS TM
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	7.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона измерений по школе волновых чисел

8.4.1.1 На рабочем окне зайти в раздел «Измерения» - «Расширенные измерения». В отрывшемся диалоговом окне «Измерение» (см. рисунок 9) во вкладке «Основное» нажать кнопку «Загрузить» и выбрать файл настройки эксперимента «TRANS.XPM», нажать кнопку «Открыть».

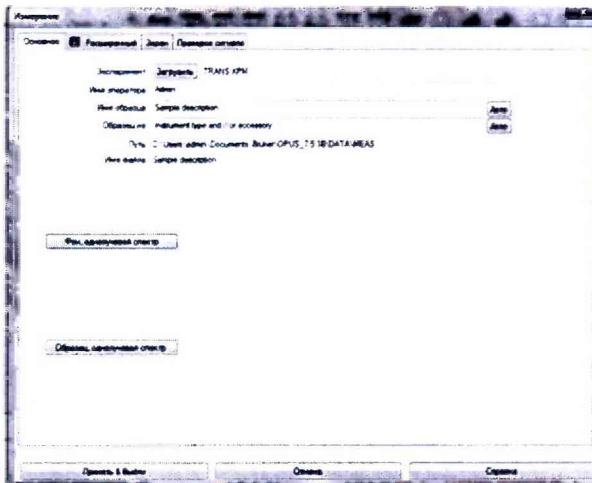


Рисунок 9 – Окно «Измерение» вкладка «Основное»

Перейти во вкладку «Расширенный» и установить настройки в соответствии с рисунком 10.

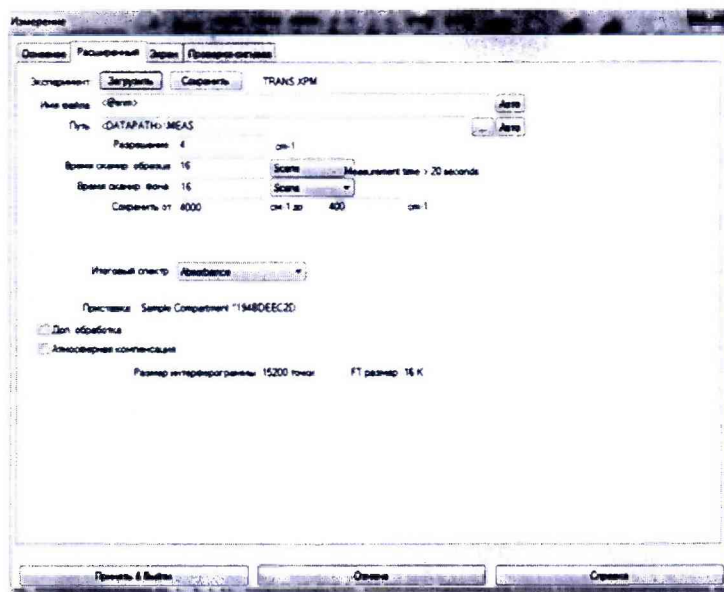


Рисунок 10 – Окно «Измерение» вкладка «Расширенный»

8.4.1.2 После этого необходимо вернуться во вкладку «Основное» и нажать кнопку «Фон, однолучевой спектр». По завершении измерения фона нажать кнопку «Принять и выйти».

8.4.1.3 Установить в кюветное отделение спектрометра меру волнового числа МВЧ-001.

8.4.1.4 В рабочем окне ПО открыть вкладку «Измерение» - «Повтор измерений». В открывшемся диалоговом окне во вкладке «Основное» установить количество повторов измерений 5 и начать измерение спектрального диапазона, нажав кнопку «Многочесный однолучевой спектр». В процессе измерения строка состояния ПО внизу рабочего окна во время прохождения теста окрашивается зелёным цветом.

8.4.1.5 По окончании измерения спектрального диапазона ПО автоматически выводит на рабочее окно спектр поглощения меры волновых чисел МВЧ-001. Для

определения пиков спектра поглощения меры волновых чисел необходимо выделить блоки «АВ», открыть в меню «Анализ» и выбрать пункт «Поиск пиков» (см. рисунок 11).

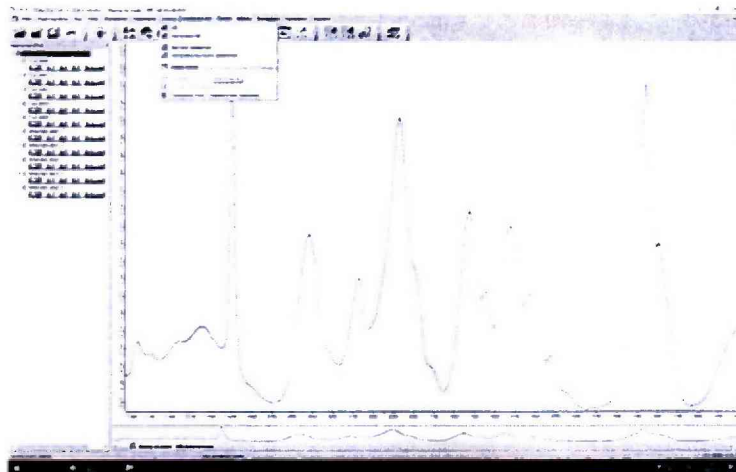


Рисунок 11 - Спектр поглощения меры волновых чисел МВЧ-001

8.4.1.6 В открывшемся диалоговом окне «Поиск пиков» во вкладке «Режим» указать метод «Центр тяжести» и нажать кнопку «Поиск пиков» (см. рисунок 12).

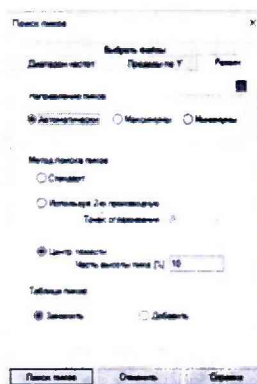


Рисунок 12 - Окно «Поиск пиков»

На рабочее окно выводятся результат измерения поглощения меры волновых чисел МВЧ-001 (см. рисунок 13).

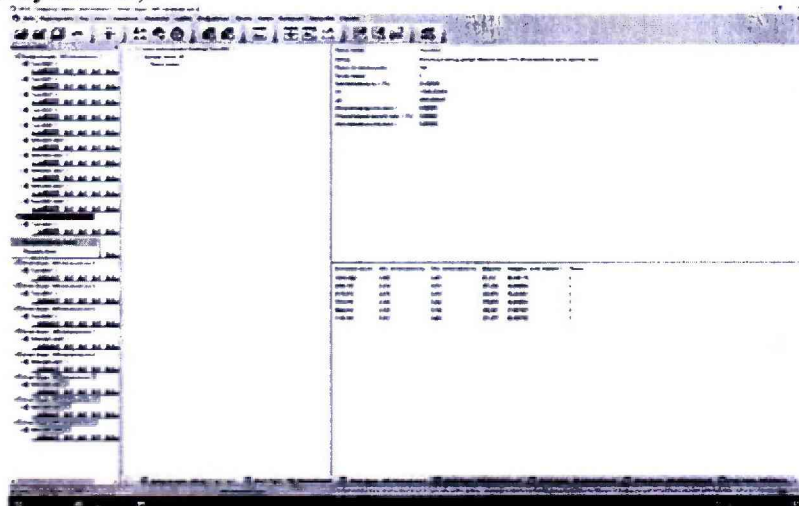


Рисунок 13 – Результаты измерений

8.4.1.7 Записать в протокол (приложение А) 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.

8.4.1.8 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в п. 8.4.1.8 настоящей методики поверки рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел $\bar{\nu}_i$, см⁻¹, по формуле (1):

$$\bar{\nu}_i = \frac{\sum_{i=1}^5 \nu_i}{5}, \quad (1)$$

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

8.4.1.9 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел составляет от 3100 до 537 см⁻¹.

8.4.2 Расчёт абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

8.4.2.1 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 на меры волновых чисел).

8.4.2.2 За абсолютную погрешность измерений по школе волновых чисел принимают наибольшее значение $\Delta \nu$, см⁻¹.

8.4.2.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел находится в пределах ± 1 см⁻¹.

8.4.3 Определение спектрального разрешения

8.4.3.1 Определяют спектральное разрешение в соответствии с пунктом 8.2.11 настоящей методики поверки. Проводят трехкратное измерение спектрального разрешения по парам воды в атмосфере.

8.4.3.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральное разрешение не более 2,0 см⁻¹.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Спектрометры, 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 Спектрометры, 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 ФГУП «ВНИИОФИ»

В.А. Кормилицына

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)
к Методике поверки МП 067.Д4-18
«ГСИ. ИК-Фурье-спектрометры ALPHA II»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от «_____» _____ 201__ года
Средство измерений: ИК-Фурье-спектрометры ALPHA II
(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 067.Д4-18 «ГСИ. ИК-Фурье-спектрометры ALPHA II. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 05 октября 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
- относительная влажность воздуха, %, не более
- атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр: _____

Проверка идентификации программного обеспечения:

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OPUSTM
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	7.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица 2 - Результаты измерений ИК-Фурье-спектрометры ALPHA II

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		от 3100 до 537
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		± 1
Спектральное разрешение, см ⁻¹ , не более		2,0

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
подписи, ФИО, должность