

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



УТВЕРЖДАЮ

И.о. Директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М.п. «15» марта 2018 г.

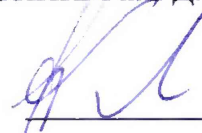
Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье-спектрометры инфракрасные  
Cary 600 Series FTIR Spectrometer (модели 660 FTIR, 670  
FTIR, 680 FTIR) и Cary 630 FTIR

**Методика поверки**

**МП-242-2189-2018**

Заместитель руководителя отдела  
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

  
А.В. Колобова

Старший научный сотрудник  
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

  
М.А. Мешалкин

г. Санкт-Петербург  
2018

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные Cary 600 Series FTIR Spectrometer (модели 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR) и Cary 630 FTIR (далее по тексту – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной (при вводе в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверок. Интервал между поверками – 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
			первичная	периодическая
1.	Внешний осмотр и опробование	7.1	да	да
2.	Проверка соответствия ПО	7.2	да	да
3.	Определение метрологических характеристик - Определение отношения сигнал/шум - Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	7.3	да	да

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие рабочие эталоны, средства измерений и вспомогательное оборудование:

- рабочий эталон 2-го разряда единицы длины волны в диапазоне от 3,2 до 18,5 мкм (в диапазоне волновых чисел не менее от 3100 до 540 см<sup>-1</sup>) по ГОСТ Р 8.763-2011;
- термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С);
- барометр-анероид М-110 или аналогичный.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные рабочие эталоны, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

## 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее - РЭ) и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

## 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 4.1. Температура окружающего воздуха от плюс 18 до плюс 25°C.
- 4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°C) не более 80%.
- 4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.
- 4.4. Напряжение питания 220<sup>+22</sup><sub>-33</sub> В.
- 4.5. Частота переменного тока 50 ±1 Гц.

## 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовка спектрометра к поверке должна быть проведена в соответствии с руководством по эксплуатации на него.

5.2 Перед проведением поверки в модель Cary 630 FTIR должен быть установлен блок («интерфейс») Transmission для измерения коэффициента пропускания.

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации.

## 7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 7.1. Внешний осмотр и опробование

7.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

### 7.1.2 Опробование

Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

### 7.2. Проверка соответствия ПО

7.2.1. Проверка соответствия ПО Resolutions Pro (модели 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR)

7.2.1.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на вкладке **Help**. В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке **About Resolutions**, в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.



Рисунок 1. Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.7.2.1, если номер версии ПО 5.2 и выше.

## 7.2.2 Проверка соответствия ПО MicroLab (Cary 630 FTIR)

7.2.2.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы щелкнуть мышью на вкладку внизу экрана с надписью **Advanced Features**, в открывшемся окне выбрать строку с надписью **System Diagnostics** и щелкнуть по ней мышью в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 2.

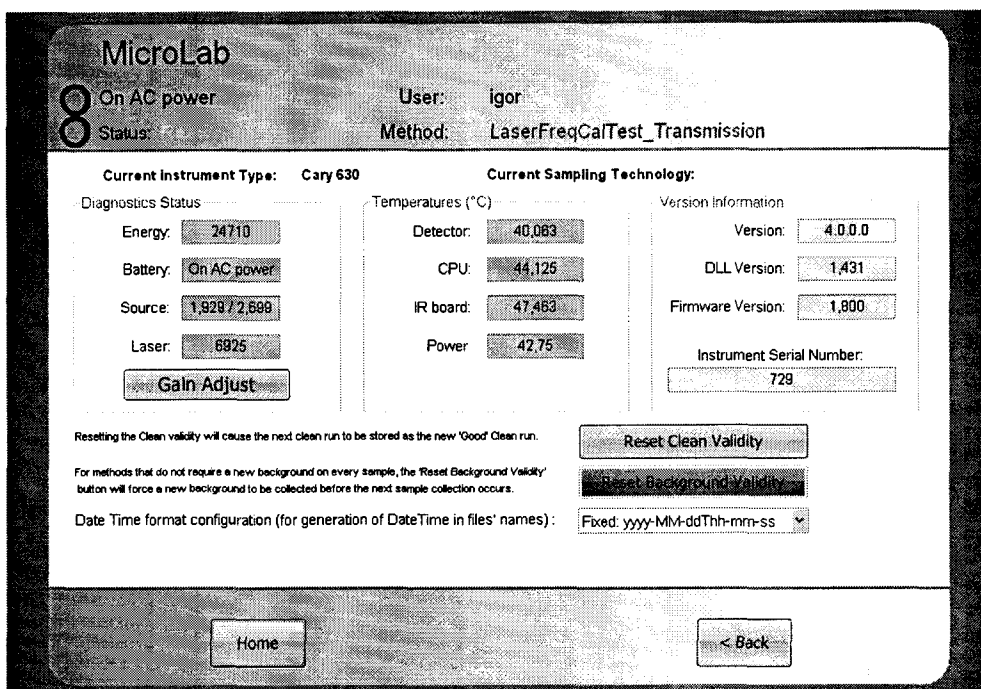


Рисунок 2. Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.7.2.2, если номер версии ПО 3.5 и выше.

### 7.3. Определение метрологических характеристик

#### 7.3.1. Определение отношения сигнал/шум

7.3.1.1. Для определения отношения сигнал/шум спектрометров моделей 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR используется установленное программное обеспечение **Resolutions Pro**.

Перед проведением определения следует убедиться, что кюветное отделение прибора пустое (производится регистрация линии 100 % пропускания).

Для проведения определения необходимо запустить программное обеспечение.

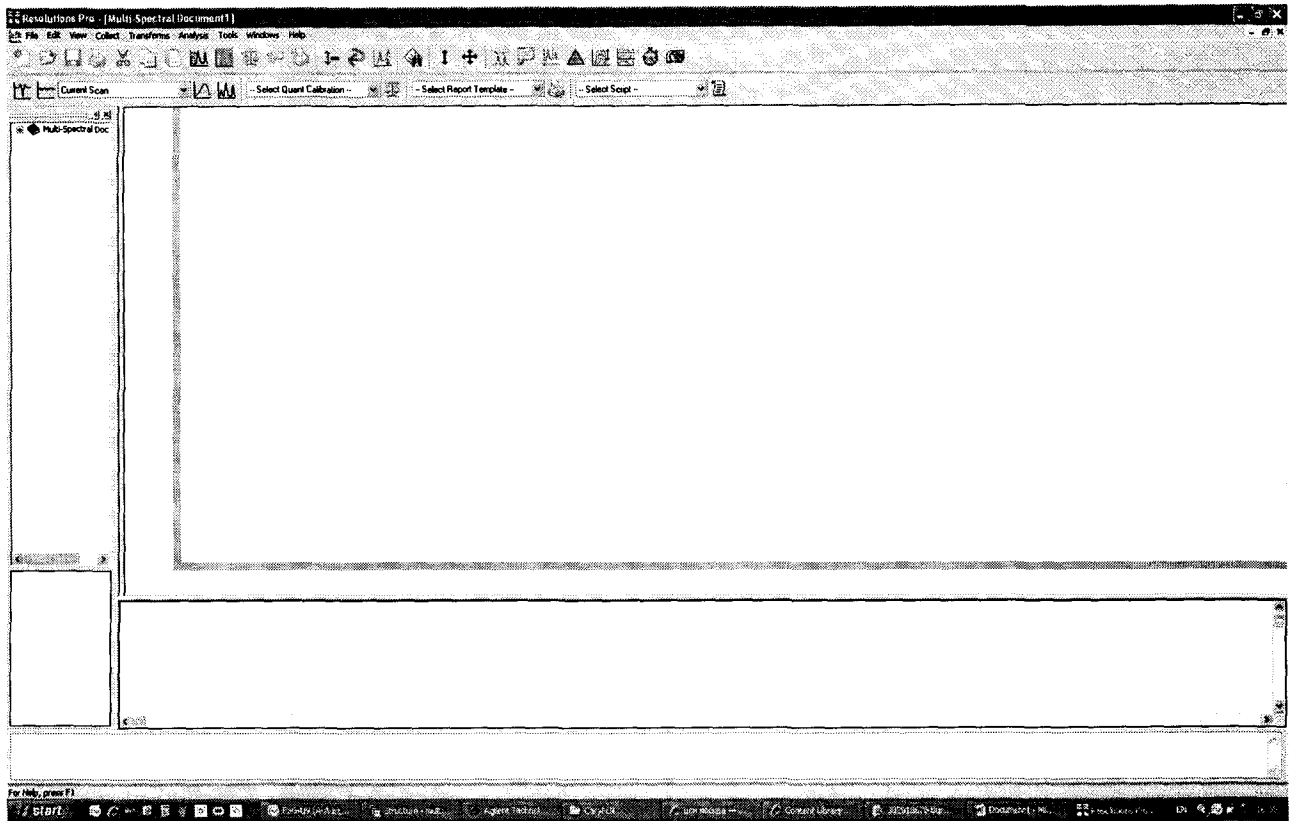


Рисунок 3.

Закреть текущий рабочий лист нажатием иконки «Серый Крестик» в правом верхнем углу. Цвет фона экрана изменится на серый.

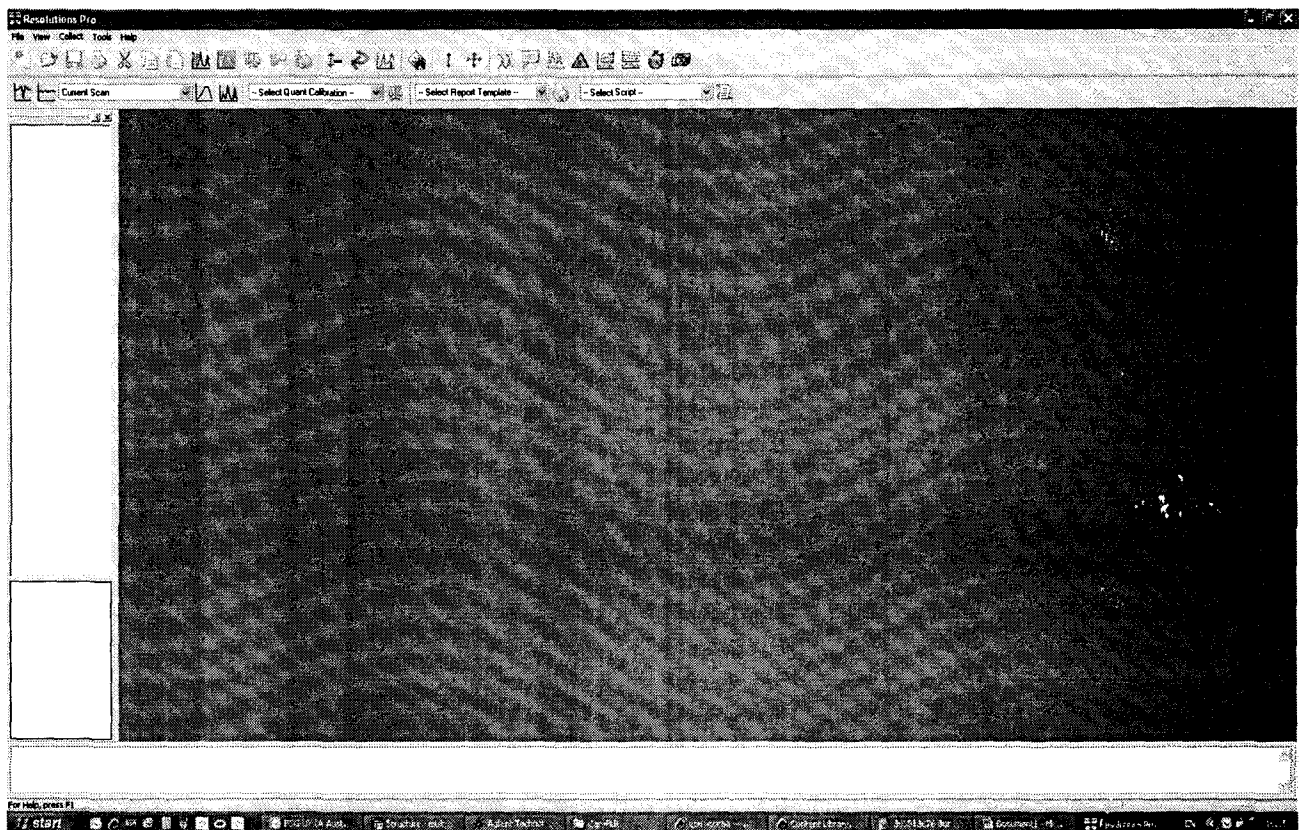


Рисунок 4.

Открыть меню **Collect** в верхней панели управления. Выбрать пункт **Performance Tests...**

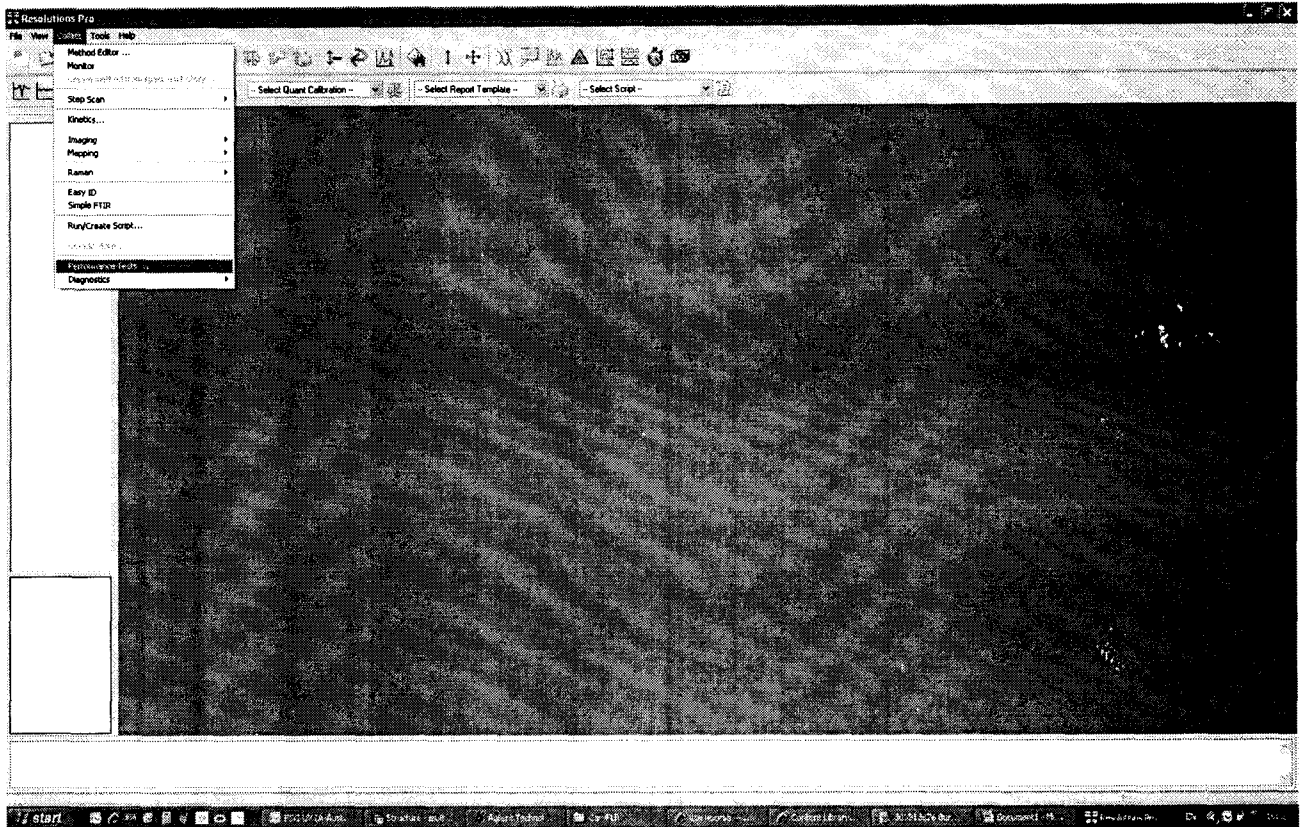


Рисунок 5.

В открывшемся окне активировать (поставить галочку) строку **Energy and Signal-to-noise - 5 sec** - 5 sec.

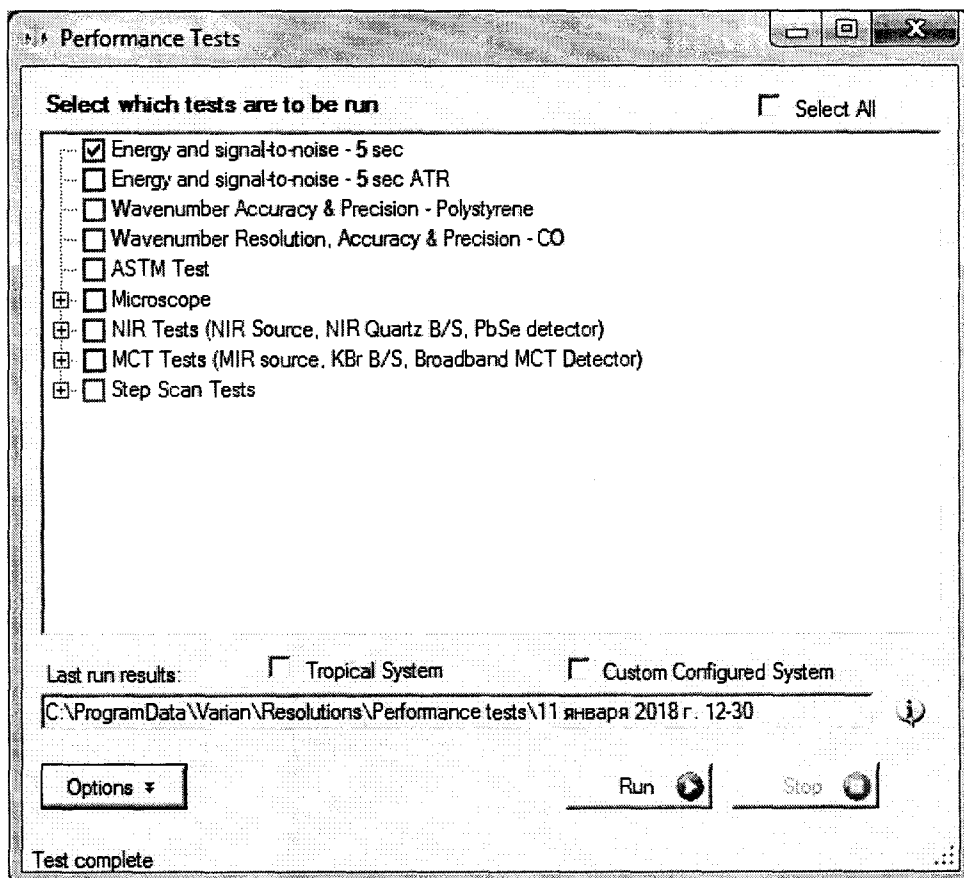


Рисунок 6.

Нажать **Run**.

После этой команды прибор автоматически начнет сбор данных. В результате автоматически будет создан отчет.

В отчете необходимо найти информацию о результатах определения отношения сигнал/шум.

Пример:

<b>Tests</b>	<b>Average</b>	<b>Specification</b>	<b>Pass / Fail</b>
5 sec S:N (p-p)	19002	> 10000	Pass

В графе **Average** можно видеть полученные данные.

В графе **Specification** – допустимое значение

В последней графе – вывод о прохождении проверки (проверка прошла – **Pass**).

Величина определенного отношения сигнал/шум не должна быть менее 10 000 для 660 FTIR и не менее 12000 для 670 FTIR и 680 FTIR.

7.3.1.2. Для определения сигнал/шум спектрометра модели Cary 630 FTIR используется программное обеспечение MicroLab и стандартный интерфейс для проб Transmission.

Для выполнения определения выполните следующие команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,

- затем выберете раздел **System Check**.

- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Performance (Signal-to-noise)**

- установите в окне количество тестов 1 (**Number of test**).

- запустите тест на выполнение (**Next**).

По окончании теста в отчете необходимо найти информацию о результатах теста Сигнал/Шум –SNR.

Величина SNR (1142-1042 см<sup>-1</sup>) не должна быть менее **18 000**

### 7.3.2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

#### 7.3.2.1. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел моделей 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR.

Определение проводят с использованием государственных рабочих эталонов 2-го разряда единицы длины волны (волнового числа) в границах спектрального диапазона фурье-спектрометра на длинах волн (волновых числах), указанных в свидетельстве об аттестации рабочего эталона. Для определения используют линии рабочего эталона, погрешность (расширенная неопределенность) положения которых по шкале волновых чисел не более ±0,5 см<sup>-1</sup>.

В меню пункт **Performance Tests** активировать (поставить галочку) строку **Wavenumber Accuracy & Precision – Polystyrene** (убрав предварительно остальные выделения), раскрыть меню **Options** и деактивировать использование внутреннего образца полистирола (снять галочку на строке **Use internal polystyrene standard**).



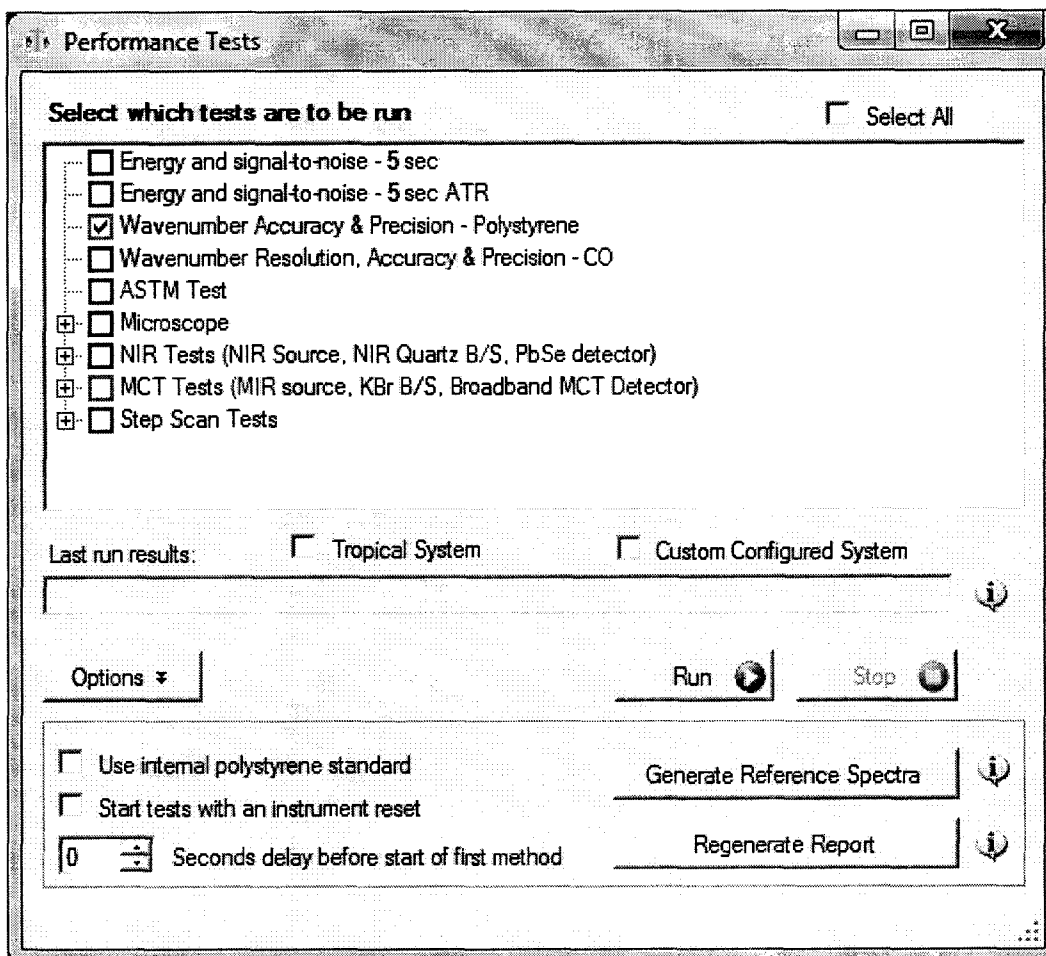


Рисунок 7.

7.3.2.1.1. Записать спектр пропускания рабочего эталона. Для этого нажать **Run**.

После этой команды прибор автоматически начнет сбор данных. В результате автоматически будет создан отчет.

7.3.2.1.2. Для каждого спектра найти разность между измеренными и действительными значениями волновых чисел минимумов линий пропускания по формуле:

$$\Delta k = k_j - k_{ja} \quad (1)$$

где:  $k_j$  - измеренное значение волнового числа минимума  $j$ -ой линии пропускания;

$k_{ja}$  — действительное значение волнового числа минимума  $j$ -ой линии пропускания, указанное в свидетельстве об аттестации рабочего эталона.

7.3.2.1.3. За абсолютную погрешность шкалы волновых чисел принимают максимальное значение из вычисленных в п. 7.3.2.1.2. настоящей методики:

Прибор считается прошедшим поверку по п. 7.3.2.1, если определенное значение абсолютной погрешности градуировки шкалы волновых чисел не превышает  $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$ .

### 7.3.2.2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел модели Cary 630 FTIR.

7.3.2.2.1. Установить в кюветное отделение государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы длины волны (волнового числа).

7.3.2.2.2. Выполнить команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,
- затем выберете раздел **System Check**.
- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Laser frequency calibration test**
- запустите тест на выполнение (**Next**).

7.3.2.2.3. После прохождения теста на экране появляется таблица с результатом измерения.

7.3.2.2.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.7.3.2.2, если значение погрешности не превышает  $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$ .

## 8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении 1.

8.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

8.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Минпромторга России от 02.07.2015 N 1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке".

8.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

**ПРОТОКОЛ** (рекомендуемое)  
**Фурье-спектрометр** \_\_\_\_\_  
**ЗАВ.№** \_\_\_\_\_

**Принадлежит** \_\_\_\_\_ **ИНН** \_\_\_\_\_

**Поверка проведена по :**  
 Методике поверки \_\_\_\_\_

**Средства поверки** \_\_\_\_\_

**Условия поверки** \_\_\_\_\_  
 Температура окружающего воздуха, °C  
 Относительная влажность окружающего воздуха  
 Атмосферное давление, кПа

**Внешний осмотр** \_\_\_\_\_

**Опробование** \_\_\_\_\_

**Проверка соответствия ПО** \_\_\_\_\_

**1. Определение отношения сигнал/шум**

Результат определения предела отношения сигнал/шум	Допускаемое значение отношения сигнал/шум, не менее

**2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел**

Действительное значение волнового числа, см <sup>-1</sup>	Измеренное значение волнового числа k <sub>1</sub> , см <sup>-1</sup>	Абсолютная погрешность, см <sup>-1</sup>