

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по производству  
ФГУП «ВНИИОФИ»



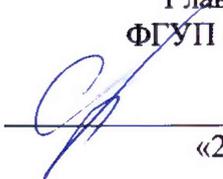
Р.А. Родин  
«24» мая 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris II**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 034.Д4-18**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

  
С.Н. Неода  
«24» мая 2018 г.

Москва  
2018 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris II (далее – спектрометры), предназначенные для измерения оптических спектров пропускания органических и неорганических веществ по шкале волновых чисел в ближнем инфракрасном (БИК) диапазоне, 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

№ 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	Проверка идентификации программного обеспечения	8.2	Да	Да
3	Опробование	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона и расчет абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Определение спектрального разрешения	8.4.2	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

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4	Мера волновых чисел BRM 2065 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 61340-15) спектральный диапазон: от 12000 до 4000 см <sup>-1</sup> ; номинальные значения характеристических полос поглощения (при T = 25 °C), см <sup>-1</sup> : 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 <sup>-1</sup> .

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 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 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.

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 окружающего воздуха, °C от + 18 до + 27;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 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 Подключают спектрометр к персональному компьютеру (ПК) с помощью порта на задней панели и кабеля USB 2.0 из его комплекта (см. рисунок 1).

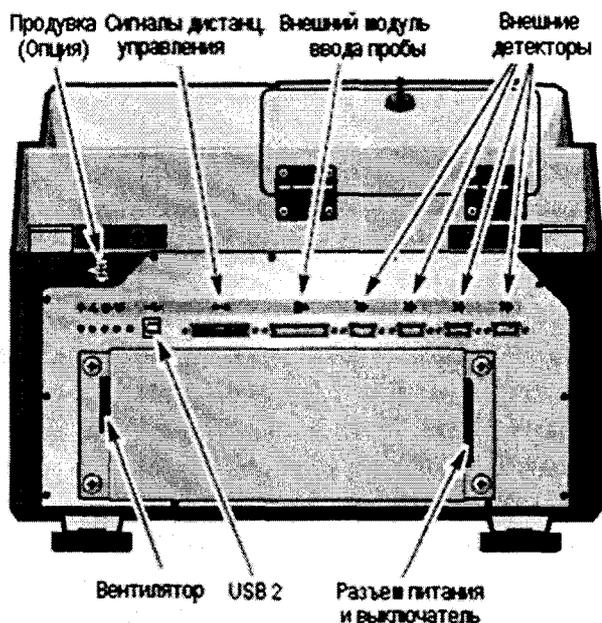


Рисунок 1 – Задняя панель спектрометра

7.2 Подключают спектрометр к источнику переменного тока при помощи шнура электропитания из его комплекта, присоединяемого к разъему питания на задней панели прибора (см. рисунок 2). Для включения прибора переводят выключатель на задней панели из положения (0) в положение (I).

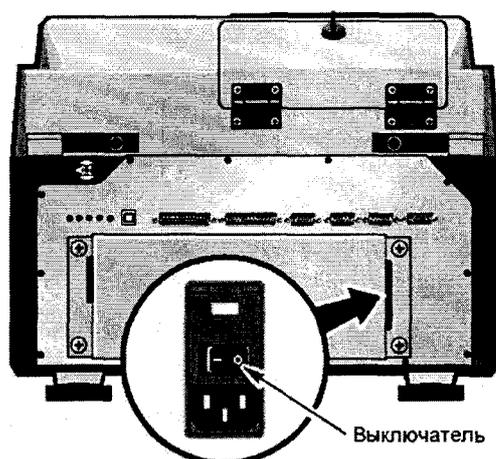


Рисунок 2 – Выключатель и разъем электропитания спектрометра

7.3 При включении на передней панели загораются индикаторы режима в различной последовательности, пока система проходит свою процедуру диагностики. По окончании процедуры индикаторы «Power», «Laser» и «Source» остаются постоянно

горящими. Индикатор «Scan» вспыхивает при каждом скане интерферометра (см. рисунок 3).

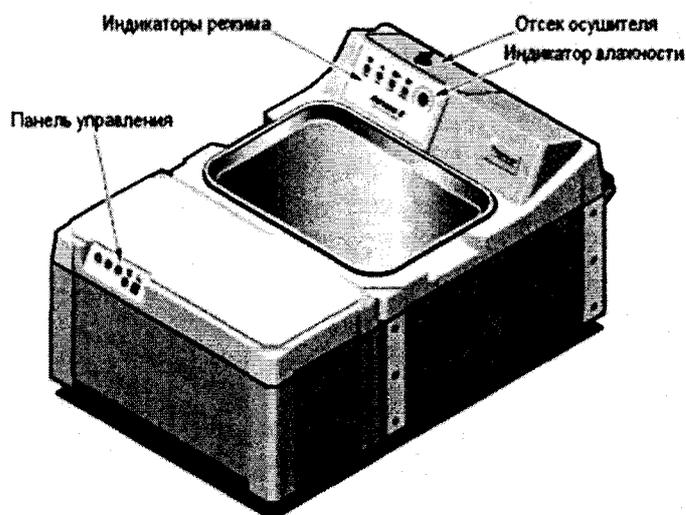


Рисунок 3 – Передняя панель спектрометра

7.4 Проверяют цвет индикатора влажности на передней панели спектрометра (рисунок 3). Если цвет индикатора белый или розовый, то необходимо заменить пакет с осушителем в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.5 Активируют программное обеспечение «RESULT» (далее - ПО) двойным нажатием по ярлыку RESULT  на рабочем столе ПК или при помощи открытия стартового меню Windows, выбрать «Start» на панели задач Windows, навести курсор на «Programs» в меню «Start», указать на программную группу «Thermo» и выбрать программу «RESULT», как указано на рисунке 4.

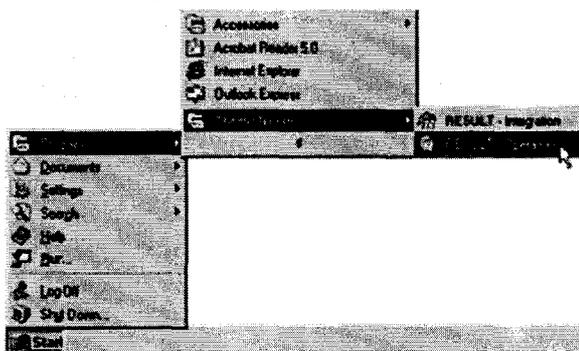


Рисунок 4 – Запуск ПО RESULT

7.6 Несанкционированный доступ к ПО возможно исключить посредством ограничения прав учетной записи пользователя. Имеется возможность установить 4 уровня доступа: администратор, методист, аналитик, оператор. Пароли для разных уровней доступа устанавливает и имеет возможность изменять администратор.

При запуске ПО открывается окно запроса пароля, необходимо ввести пароль и затем выбрать «ОК» (см. рисунок 5).

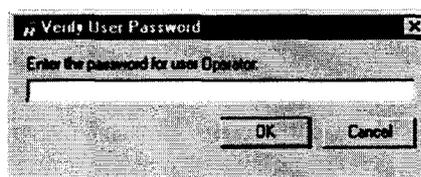


Рисунок 5 – Окно ввода пароля

7.7 После ввода пароля ПО запускается и на экране появляется основное рабочее окно (см. рисунок 6).

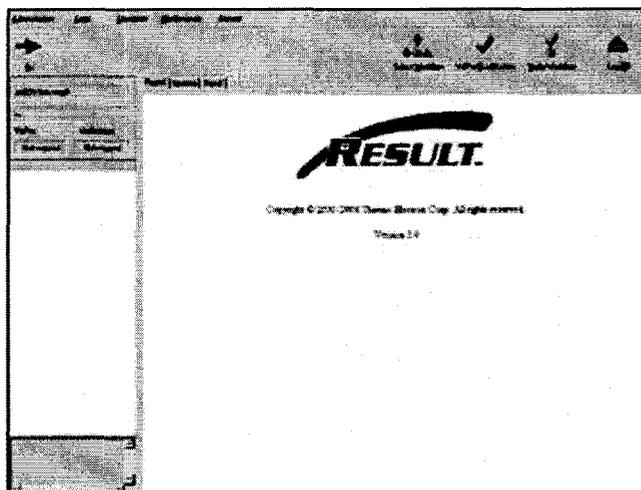


Рисунок 6 – Рабочее окно ПО

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрометров должно быть установлено:

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

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

### 8.2 Проверка идентификации программного обеспечения

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

8.2.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрометров необходимо в главном окне ПО (см. рисунок 6) зайти во вкладку открыть вкладку «Maintenance», и затем нажать на раздел «About Result» (см. рисунок 7).

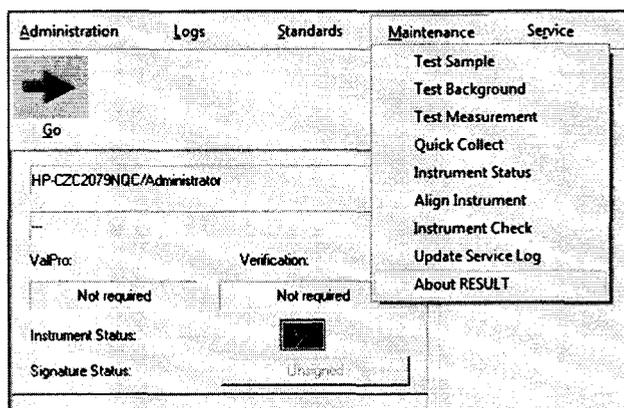


Рисунок 7 - Идентификационные данные программного обеспечения

На главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 8).

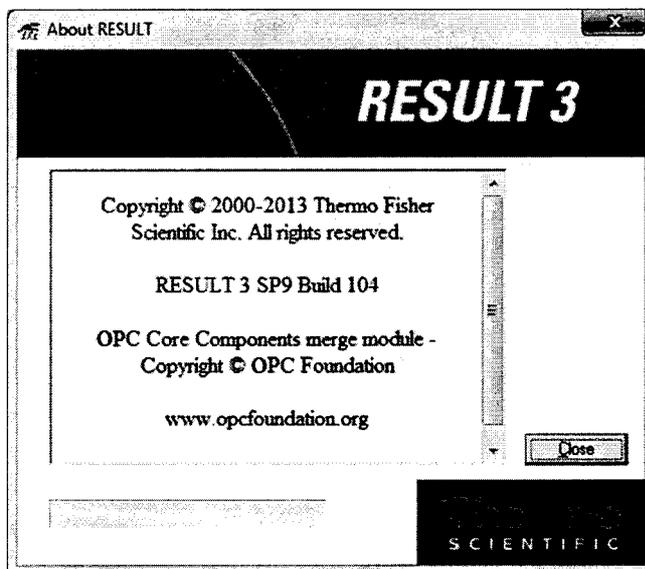


Рисунок 8

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

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	RESULT
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

### 8.3 Опробование

8.3.1 На рабочем столе ПО открыть меню «Administration» и выбрать вкладку «ValPro Options» (рисунок 9), в открывшемся диалоговом окне «ValPro Options» необходимо установить галочку в разделе «ValPro System Tests» напротив позиции «Instrument qualification test» (Тест на квалификацию прибора) для начала проведения опробования. Затем нажмите «ОК».

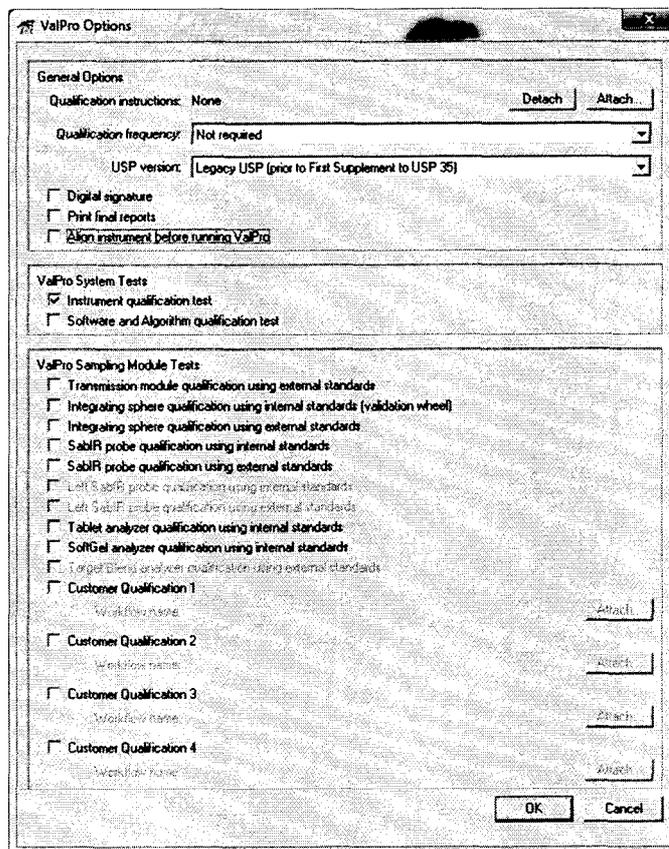


Рисунок 9 - Диалоговое окно ValPro Options

ПО автоматически выполняет проверку прибора, после снятия каждого спектра создается отчет, который появляется на дисплее ПК «Antaris Qualification Report», диагностика выполняется по следующим параметрам:

- «Energy Ratio Test» (Проверка коэффициента интенсивности);
- «System Optical Resolution Test» (Проверка разрешения оптической системы);
- «Noise Level Test» (Проверка уровня шума);
- «Short-Term Stability Test» (Проверка краткосрочной стабильности);
- «Wavelength Accuracy Test» (Проверка точности длины волны);
- «Method Transferability Test» (Проверка толщины);
- «USP (United States Pharmacopeia) Photometric Linearity Test» (Проверка линейности фотометрической характеристики по фармакопее США);
- «USP Photometric Linearity Test - Expected and Measured Values used to calculate slopes and intercepts» (Проверка линейности фотометрической характеристики по фармакопее США – измеренные и ожидаемые значения для расчета калибровочных уравнений).

Результат диагностики будет записан в рабочий протокол и в качестве файла результата, который сохраняется в подпапке «ValPro» папки, в которой установлено ПО. Когда проверка каждого пункта завершена, в протокол записывается значение «Pass». Если проверка пункта прошла не успешно, то в протокол записывается «Fail».

8.3.2 Определяют среднеквадратичный уровень шума в отобранном диапазоне. Измерения проводят по парам воды в атмосфере. Программное обеспечение выполняет автоматическую проверку уровня шума при опробовании работы спектрометров, результаты измерений выводятся на экран ПК в виде отчета, раздел «Noise Level Test» (см. рисунок 10).

#### Noise Level Test

Attribute	Value	Unit	Acceptance limits
Noise - Noise from 6800 to 5800 cm-1	5,3517	micro-A.U	PASS

Calculates the root mean square (RMS) noise level in a selected range. The expected result lies between 0 and 99 microabsorbance units.

Рисунок 10 – Проверка уровня шума

8.3.3 Определяют спектральное разрешение. Измерения проводят по парам воды в атмосфере с использованием пустой рамки из набора мер волновых чисел BRM 2065. 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  $7299 \text{ cm}^{-1}$  в однолучевом режиме с максимальным разрешением. Программно определяется ширина на полувысоте самого узкого пика в этом диапазоне. Программное обеспечение выполняет автоматическую проверку разрешения оптической системы при опробовании работы спектрометров, результаты измерений выводятся на экран ПК в виде отчета, раздел «System Optical Resolution Test» (см. рисунок 11).

#### System Optical Resolution Test

Attribute	Value	Unit	Acceptance limits
Maximum Resolution - FWHH at 7299 cm-1	1,9419	cm-1	PASS

Tests the Antaris system at its highest resolution by measuring a water peak width in an open beam sample. The expected result is a FWHH peak width that lies between 1.60 and 2.20.

Рисунок 11 - Проверка разрешения оптической системы

8.2.4 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если после прохождения автоматической диагностики в протоколе все параметры отмечены «Pass», измеренное значение предельного среднеквадратичного уровня шума в диапазоне от  $6800 \text{ cm}^{-1}$  до  $5800 \text{ cm}^{-1}$  не превышает  $99 \cdot 10^{-6}$  е.о.п., спектральное разрешение не превышает  $4 \text{ cm}^{-1}$ .

### 8.4 Определение метрологических характеристик

#### 8.4.1 Определение спектрального диапазона и расчёт абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

8.4.1.1 Установить в отсек для проб спектрометра Меру волновых чисел BRM 2065.

8.4.1.2 В рабочем окне ПО (см. рисунок 6) выбрать вкладку «Maintenance», открыть диалоговое окно «Quick Collect», в котором установить параметры измерения в соответствии с теми, которые указаны на рисунке 12.

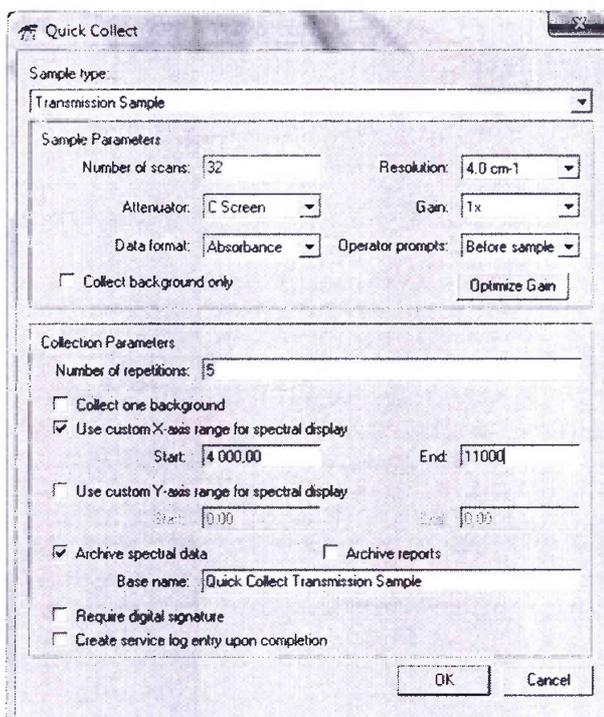


Рисунок 12 – Диалоговое окно Quick Collect

В разделе «Sample Parameters» (Параметры образца) установите количество сканирований «Number of scans» 32, «Resolution» (Разрешение) 4 см<sup>-1</sup>. В разделе «Collection Parameters» установить количество повторений «Number of repetitions» 5, установить галочку напротив параметра «Use custom X-axis range for spectral display» и установить начальную «Start» 4000 см<sup>-1</sup> и конечную «End» 12000 см<sup>-1</sup> границы измерения. Остальные настройки установлены по умолчанию.

8.4.1.3 Нажмите «ОК» для начала проведения измерений. На экране ПК можно наблюдать информацию о ходе процесса измерения.

8.4.1.4 После окончания измерений на экране в рабочем окне ПО появится спектр поглощения меры волновых чисел BRM 2065. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения 10245,6 ± 10,0; 9294,1 ± 10,0; 8179,4 ± 10,0; 7313,8 ± 10,0; 6805,3 ± 10,0; 5138,5 ± 10,0 см<sup>-1</sup>. Для вывода на экран таблицы пиков необходимо открыть сохраненный спектр из папки с адресом C:\Result Data\Archive\Maintenance в программе «TQ Analyst», которая входит в комплект поставки ПО. На открывшемся рабочем экране программы выбрать тип курсора «Т» в нижней левой части экрана и подвести курсор к пику, положение которого требуется определить. Для фиксации значений о положении пика на спектре нажать клавишу «Shift» на клавиатуре, затем щелкнуть левой кнопкой мыши на вершину пика, программа отметит значение, соответствующее максимальной ординате линии поглощения.

8.4.1.5 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в п. 8.4.1.4 настоящей методики проверки рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел  $\bar{\nu}_i$ , см<sup>-1</sup>, по формуле (1):

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

где  $\nu_i$  – значения волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения, см<sup>-1</sup>.

8.4.1.6 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  $\nu_{oi}$  – действительные значения линий поглощения спектра,  $\text{см}^{-1}$  (из свидетельства о поверке или сертификата калибровки на меры волновых чисел).

8.4.1.7 За абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел принимают наибольшее значение  $\Delta\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ .

8.4.1.8 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел составляет от 12000 до 4000  $\text{см}^{-1}$ , а значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел не превышает  $\pm 2 \text{ см}^{-1}$ .

#### 8.4.2 Определение спектрального разрешения

8.4.2.1 Определяют спектральное разрешение в соответствии с пунктом 8.3.3 настоящей методики поверки. Измерения проводят по парам воды в атмосфере с использованием пустой рамки из набора мер волновых чисел BRM 2065.

8.4.2.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральное разрешение не превышает 4  $\text{см}^{-1}$ .

### 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 1).

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 1**  
к Методике поверки МП 034.Д4-18  
«Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris II»

**ПРОТОКОЛ**  
**первичной / периодической поверки**  
от «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_\_ года  
**Средство измерений: Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris 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 034.Д4-18 «Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris II. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 24 мая 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          | от + 18 до + 27 |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 80              |
| - атмосферное давление, кПа                    | от 84 до 106    |

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Таблица 1 - Результаты измерений Фурье - спектрометров инфракрасных модели Antaris II

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Спектральный диапазон по шкале волновых чисел, см <sup>-1</sup>		от 12000 до 4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел при максимальном разрешении, см <sup>-1</sup>		±2
Спектральное разрешение, не хуже, см <sup>-1</sup>		4

**Рекомендации** \_\_\_\_\_  
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_  
подписи, ФИО, должность