

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»




Н.П. Муравская
«24» июня 2016г

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 046.Д4-16

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
«24» июня 2016г

Москва
2016 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR (далее по тексту — спектрометры), предназначены для исследования спектров в ближней инфракрасной (БИК) областях спектра, а также измерение концентрации различных веществ, присутствующих в анализируемом объекте, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между периодическими 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 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
	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения длины волны	8.4.1	Да	Да
6	Определение отношения сигнал/шум	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

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к <u>средству, основные технические характеристики</u>
8.2	Мера волновых чисел BAM 2065 из состава ГЭТ 196-2015

8.4.1	Спектральный диапазон по шкале волновых чисел от 10300 (970) до 5130 (1949) см ⁻¹ (нм) Номинальные значения линий поглощения спектра, см ⁻¹ (нм): 5138,5 (1946,1); 6805,3 (1469,4); 7313,8 (1367,3); 8179,4 (1222,6); 8682,2 (1151,8); 9294,1 (1075,9); 10245,6 (976,0) Пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T=293,15K) $\pm 0,5$ см ⁻¹ .
8.4.3	Государственный стандартный образец состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава ГЭТ 196-2015 Основные метрологические характеристики: спектральный диапазон по шкале волновых чисел: от 11500 (869,6) до 4000 (2500) см ⁻¹ (нм); номинальные значения линий поглощения Спектра, см ⁻¹ (нм): 4048,91 (2469,8); 4878,38 (2049,86); 5375,27 (1860,37); 7087,98 (1410,84); 8671,60 (1153,19); 9834,10 (1016,87); 11313,75 (883,88) пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T=293,15K) $\pm 0,5$ см ⁻¹ .

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

4 Требования безопасности

4.1 Спектрометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-10, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок. 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.

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

4.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации спектрометров.

4.4 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.

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

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометра;

получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории;
имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

б Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 25±10
- относительная влажность воздуха, %, от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106
- напряжение питания сети, В 220 t 22
- частота, Гц 50

6.2 В помещении, где проводится испытание, должны отсутствовать посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля, но также должны быть исключены факторы появления пыли, сквозняков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

7 Подготовка к поверке

7.1 Установить спектрометр вдали от приборов, генерирующих сильные магнитные и высокочастотные поля.

7.1 Подготовку, включение и прогрев спектрометра при поверке производят в соответствии с его Руководством по эксплуатации.

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 документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими внешний осмотр, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование производится путем снятия спектра меры ВМ 2065 из состава ГЭТ 196-2015.

8.2.2 Запустите программу MicroNIR и войдите в главное окно программы после страницы авторизации. В главном окне программы выберите вход в режим снятия единичных спектров. В открывшемся окне пропишите название проекта, введите имя для спектра, установите следующие параметры прибора: время интегрирования — заводское по умолчанию (12,6 мс), количество накоплений — 2000. Далее снимается спектр темнового тока и спектр базовой линии по пустому кюветному отделению. Мера ВМ 2065 устанавливается в специальную прорезь держателя модуля измерения на пропускание. После этого производится снятие спектра меры ВМ 2065.

8.2.3 Спектрометры считаются прошедшими опробование если полученный спектр соответствует спектру приведенному на рисунке 1.

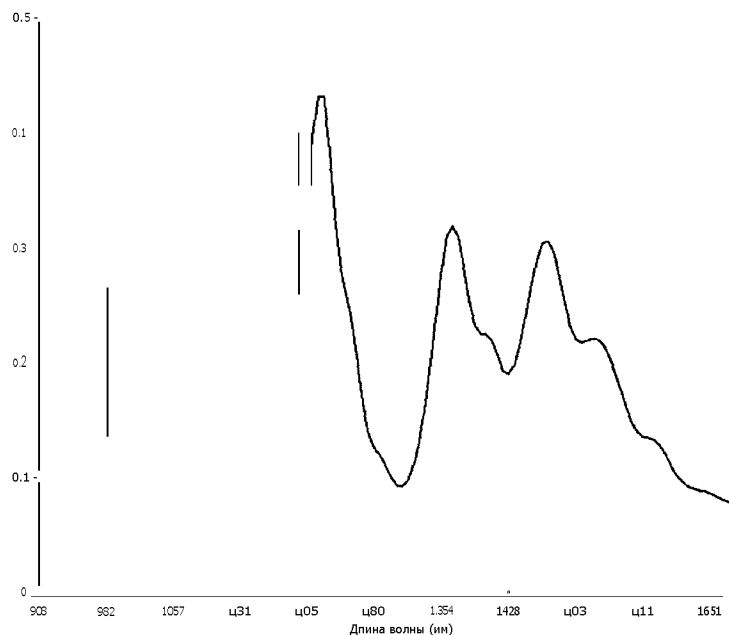


Рисунок 1 — Спектр меры волновых чисел BAM 2065

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.4 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MicroNIR
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения длины волны

8.4.1.1 Провести установку всех необходимых параметров в программе MicroNir согласно п. 8.2.2.

8.4.1.2 Установить меру BAM 2065 и записать спектр пропускания 5 (пять) раз.

Далее полученный спектр с помощью команды из соответствующего меню программы MicroNIR экспортировать в ASCII (.c\$Y) формат. Полученный файл спектральных данных загружаем в специальную программу-конвертер viavi2pe, входящую в состав программного пакета 1VMicroNIR, а затем открываем в ПО BioLight Calс1аог, также входящего в состав программного пакета MicroNIR, для обсчета полученных данных.

Из значений волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел ν ; по формуле 1:

$$\nu = \frac{\sum_{i=1}^n \nu_i}{n} \quad (1)$$

где ν_i — значения волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания, см^{-1} .

8.4.1.3 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел для каждой линии по формуле 2:

$$(2)$$

где ν^* — действительные (номинальные) значения линий поглощения спектра из свидетельства о поверке или сертификата калибровки, см^{-1}

8.4.1.4 За абсолютную погрешность принимают наибольшее значение Δ для каждой линии

8.4.1.5 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если отображаются основные линии спектра поглощения от 976,0 нм до 1469,4 нм, что подтверждает диапазон измерений от 950 до 1650 нм, а пределы абсолютной погрешности измерений длины волны находятся в пределах 11 нм.

8.4.2 Определение отношения сигнал/шум

8.4.2.1 Сигнал-шум определяется измерением максимального отклонения от 100 % линии пропускания.

8.4.2.2 Провести установку всех необходимых параметров в программе MicroNir согласно п. 8.2.2 и снять спектрограмму пустого кюветного отделения. Значение сигнал/шум (S/n) определяется по формуле 3:

$$S/n = \frac{1}{T_{\max} - T_{\min}} \quad (3)$$

где T и $T_{\text{а.и.т.}}$ — соответственно верхняя и нижняя граница отклонения от линии 100 % пропускания.

Проводится 5 (пять) измерений значения сигнал/шум и высчитывается его среднее значение.

8.4.2.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение соотношения сигнал/шум не менее 20000:1.

8.4.3 Определение спектрального разрешения.

8.4.3.1 Проверку спектрального разрешения проводят по спектрограмме Государственного стандартного образца состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава ГЭТ 196-20155.

8.4.3.2 Установить кювету с хлороформом в отсек для кювет. Провести установку всех необходимых параметров в программе MicroNir согласно п. 8.2.2 и снять спектрограмму.

Далее полученный спектр с помощью команды из соответствующего меню программы MicroNIR экспортировать в ASCII (.csv) формат. Полученный файл спектральных данных загружаем в специальную программу-конвертер viavi2pe, входящую в состав программного пакета MicroNIR, а затем открываем в ПО BioLight CalcPlot, также входящего в состав программного пакета MicroNIR, для обсчета полученных данных. Определяется ширина на полувысоте пика $7087,98 \text{ см}^{-1}$ (1410,84 нм).

8.4.3.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученное значение, не превышает 20 нм.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.3 фактических значений метрологических характеристик спектрометров, и наносят на свидетельство знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектрометры допускают к эксплуатации.

9.2 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. 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 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В.Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

П. С. Мальцев

к Методике поверки «Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR»

ПРОТОКОЛ

первичной/периодической поверки

от «_____» _____ 201 года

Средство измерений: Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR

(Наименование СИ, тип если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

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

зав. N4 _____ № / № _____

_____ заводские номера блоков

Принадлежащее _____

_____ Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки «Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR. Методика поверки МП 046.Д4-16», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2016 года.

_____ Наименование документа на поверку, кем утвержден (ёгласован), 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 25 ± 10
- относительная влажность воздуха, % 20 - 80
- атмосферное давление, кПа 94 - 106

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

_____ Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность