

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская

«10» июля 2015г

Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье-спектрометры инфракрасные серии VERTEX

модификации VERTEX 70, VERTEX 70v,

VERTEX 80, VERTEX 80v

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 070.Д4-15

п.р. 03409-16

УТВЕРЖДАЮ

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«10» июля 2015 г

Москва
2015 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры серии VERTEX, модификации VERTEX 70, VERTEX 70v, VERTEX 80, VERTEX 80v (далее по тексту – фурье-спектрометры), предназначены для измерения оптических спектров пропускания, отражения в дальнем, среднем, ближнем ИК диапазонах, а также в видимой и ультрафиолетовой областях электромагнитного спектра, определения концентрации различных веществ в твердой, жидкой и газообразной фазах исследуемых образцов, 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 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 и абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел (по плёнке полистирола и мере волновых чисел BRM 2065)	8.4.1	Да	Да
6	Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел (по парам воды в атмосфере на длине волны $1554,353 \text{ см}^{-1}$)	8.4.2	Да	Да
7	Определение отношения сигнал/шум	8.4.3	Да	Да
8	Определение спектрального разрешения	8.4.4	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
8.4.1	<p>1 Образец пленки полистирола толщиной от 0,025 до 0,070 мм из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011)</p> <p>Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 4000 - 450 см⁻¹</p> <p>Номинальные значения линий поглощения спектра, см⁻¹: 3082,13; 3060,00; 2849,58; 1943,08; 1802,81; 1601,40; 1372,41; 1154,66; 1028,52.</p> <p>Пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения ± 0,5 см⁻¹</p> <p>2 Мера волновых чисел BRM 2065 из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011)</p> <p>Основные метрологические характеристики:</p> <p>спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 10300 - 5130 см⁻¹;</p> <p>номинальные значения линий поглощения спектра, см⁻¹: 5138,5 ± 1,0; 6805,3 ± 1,0; 7313,8 ± 1,0; 8179,4 ± 1,0; 9294,1 ± 1,0; 10245,6 ± 1,0;</p> <p>пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T = 293,15 К) ± 0,5 см⁻¹.</p>

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 фурье-спектрометра с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Фурье-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 испытаниях, 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 фурье-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 фурье-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.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....18 - 35
- относительная влажность воздуха, %, не более.....80
- атмосферное давление, кПа.....84 - 106
- напряжение питания сети, В.....100 - 240
- частота, Гц.....50/60

6.2 В лабораторном помещении не допускается наличия коррозирующих испарений, органогалогенидов, органических растворителей, силоксанов, масляного тумана и пыли, которые могут влиять на точность измерений и значительно сокращают срок службы прибора. Наличие паров органогалогенидов (дифторметана, дихлорметана, хлороформа и др.), которые при нагревании лампы превращаются в кислоты (HF, HCl), приводит к выходу из строя зеркал и всех элементов оптики, включая обычные винтовые крепления. Поэтому при исследовании образцов, содержащих указанные галогениды необходимо обеспечить проветривание прибора обезвоженным воздухом или азотом.

6.3 Прибор не должен подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не ставьте его около окна. В помещении должны отсутствовать механические вибрации. Частота возмущающих вибраций, действующих на фурье-спектрометры, не должна быть более 30 Гц, амплитуда скорости колебаний не должна превышать 0,06 мм/с. Если показатели вибрации в помещении превышают указанные значения, фурье-спектрометры должны быть установлены на виброизолирующем фундаменте.

6.4 В помещении не допускаются посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

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

7 Подготовка к поверке

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

7.2 Соедините кабелем Ethernet (RJ45) ПК и фурье-спектрометр. Присоедините стандартный кабель электропитания. Проверьте, что окно технического обслуживания закрыто, и что крышка кюветного отделения закреплена.

7.3 При необходимости установите программное обеспечение OPUS на компьютер. Активировать приложение OPUS. Дважды кликните на иконке OPUS рабочего стола или выберите в меню OPUS.

7.4 Проверьте, чтобы в рабочем пространстве кюветного отдела ничто не препятствовало прохождению луча.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре фурье-спектрометров должно быть установлено:

- отсутствие видимых механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистоту гнезд, разъемов и клемм;
- состояние и четкость маркировок;
- состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Фурье-спектрометры считаются прошедшими внешний осмотр, если корпус, внешние элементы, органы управления приборов не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Убедится, что в отсеке образцов спектрометра не установлена ни одна приставка или образец.

8.2.2 Запустить программу OPUS.

8.2.3 В меню *Измерения* выбрать функцию *Расширенное измерение*.

8.2.4 Выбрать в диалоговом окне *Измерение* вкладку *Проверка сигнала*.

8.2.5 Убедится, что активирована кнопка выбора *Интерферограмма* (см. рисунок 1)

Значение амплитуды указывает интенсивность детектируемого сигнала

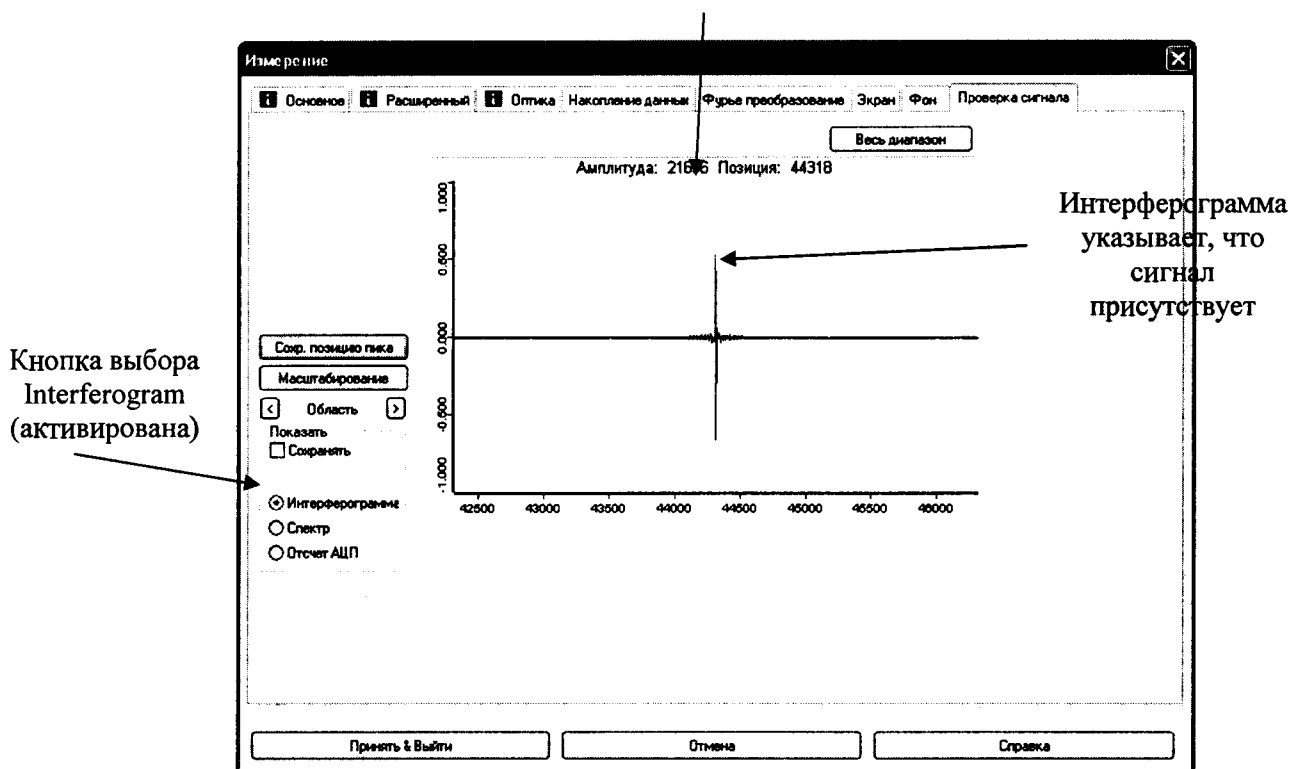


Рисунок 1

8.2.6 Для проверки интенсивности текущего детектируемого сигнала, проверить превышает ли значение амплитуды, отображаемого в OPUS (см. рисунок 1) нижний порог в 5000 единиц.

8.2.7 Фурье-спектрометры считаются прошедшими опробование, если сигнал наблюдается и значение амплитуды сигнала, отображаемое в OPUS превышает 5000 единиц.

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 Фурье-спектрометры признаются прошедшими поверку, 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	OPUS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	7.2 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 измерений по шкале волновых чисел (по плёнке полистирола и мере волновых чисел BRM 2065)

8.4.1.1 Проведите установки всех необходимых параметров в программе OPUS согласно п.п. 8.2.1 – 8.2.5

Установить в отсек для проб фурье-спектрометра образец пленки полистирола толщиной от 0,025 до 0,070 мм из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011). Записать спектр поглощения пленки. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий в областях поглощения 3082, 3060, 2849, 1943, 1802, 1601, 1372, 1154, 1028 см⁻¹. Повторить измерения ещё 5 (пять) раз.

8.4.1.2 Установить в отсек для проб фурье-спектрометра меру волновых чисел BRM 2065 из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011). Провести измерения согласно п. 8.4.1.1. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий в областях поглощения 5138, 6805, 7313 см⁻¹. Повторить измерения ещё 5 (пять) раз.

8.4.1.3 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в п. 8.4.1.1 – 8.4.1.2 настоящей методики поверки рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел $\bar{\nu}_i$ по формуле (1):

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

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

8.4.1.3 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 (номинальные) значения линий поглощения спектра, см⁻¹, из таблицы 2.

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

8.4.1.5 Фурье-спектрометры считаются прошедшим операцию поверки, если спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел составляет 8000 – 350 см⁻¹, а пределы абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел не превышают $\pm 0,5$ см⁻¹.

8.4.2 Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел (по парам воды в атмосфере на длине волны 1554,353 см⁻¹)

8.4.2.1 Проверку абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел по парам воды в атмосфере проводят по результатам анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP – Test).

8.4.2.2 Убедитесь, что в кюветном отделении не установлено никаких образцов. На главном окне программы OPUS выбрать вкладку «Валидация» и выбрать пункт «Запустить Тест прибора». В открывшемся окне «запустить OVP-Тесты» проставить галочки в полях «Запустить PQ Test» и «запустить OQ Test», а также в полях «автоматически распечатать Отчет» и «автоматически показать Отчет». После этого нажать кнопку «Запустить выбранные тесты».

8.4.2.3 Строка состояния программы OPUS должна окраситься зеленым цветом. По мере прохождения тестов в этой строке будет отображаться информация с названием текущего теста (строка состояния может окрашиваться красным цветом, если какие-либо из измеренных параметров не будут соответствовать критериям поверки). Время прохождения всех тестов (OQ и PQ) порядка 20 – 30 минут.

8.4.2.4 После того, как PQ-тест закончится, на экране появится отчет о прохождении теста (см. рисунок 2)

OVP - PQ Test Protocol

Company:	N.S. Kurnakov Institute		
Operator:	Default		
Instrument Type:	Vertex 80v Sample Compartment RT-DLaTGS		
Optics Configuration:	Sample Compartment with: MIR, KBr, RT-DLaTGS [Internal Pos.2]		
Accessory:	None		
Instrument Serial Number:	0017		
Instrument Firmware Version:	1.511 Mar 12 2008		
OPUS/DB Version:	OPUS 7.2 Build: 7, 2, 139, 1294 / DB: 7,2,139,1294		
Overall Test Result	PASSED		
Test expires:	30.10.2017, 12:08:36 (GMT+3)		
Test Date/Time:	30.10.2015, 12:08:36 (GMT+3)		
Test Spectra Path:	C:\OPUS_7.2.139.1294\Validation\Data\20151030\120836		
Date of last PQ Reference Measurement	30.10.2015		
Comment:			

Signal to Noise Test ✓			
Minimum Signal to Noise Limit(area 1):	3750	Signal to Noise measured:	9421

100% Line Test ✓			
Maximum 100% Line Deviation:	0.5	Measured 100% Line Deviation:	0.11

Interferogram Peak Test ✓			
Minimum Amplitude[%] :	70	Measured Amplitude[%]:	100.3

Energy Test ✓			
Maximum allowed Value:	30	Measured Value:	0.3

Wavenumber Accuracy Test - Polystyrene (22.8 Deg. C, Peak is T. corr.) ✓			
Sample Material:	Polystyrene		
Specified Peak:	1601.45 cm-1	Maximum Deviation:	0.50 cm-1
Measured Peak:	1601.19 cm-1	Measured Deviation:	0.26 cm-1
Corrected Peak:	1601.19 cm-1	Measured Deviation:	0.26 cm-1

Photometric Reproducibility Test - Glass Filter A ✓			
Maximum Deviation[%]:	0.8	Measured Deviation[%]:	0.12

Overall Test Result = PASSED ✓

Рисунок 2

8.4.2.5 После того, как OQ-тест закончится, на экране появится отчет о прохождении теста (см. рисунок 3)

OVP - OQ Test Protocol

Company: N.S. Kurnakov Institute
Operator: Default
Instrument Type: Vertex 80v Sample Compartment RT-DLaTGS
Optics Configuration: Sample Compartment with: MBR, KBr, RT-DLaTGS [Internal Pos.2]
Accessory: None
Instrument Serial Number: 0017
Instrument Firmware Version: 1.511 Mar 12 2008
OPUS/DB Version: OPUS 7.2 Build: 7, 2, 139, 1294 / DB: 7.2,139,1294
Overall Test Result: PASSED
Test expires: 30.10.2016, 12:08:36 (GMT+3)
Test Date/Time: 30.10.2015, 12:08:36 (GMT+3)
Test Spectra Path: C:\OPUS_7.2.139.1294\validation\Data\20151030\120836
Comment:

Resolution Test ✓

CO Band: 2176.28 cm⁻¹
Maximum Resolution: 0.18 cm⁻¹ Measured Resolution: 0.16 cm⁻¹

Sensitivity Test ✓

Measurement Region, Start: 2200.00 cm⁻¹ Measurement Region, End: 2100.00 cm⁻¹
Minimum S/N: 7500 Measured S/N: 9196.12

Energy Distribution Test ✓

Minimum Energy Value: 0.10% Energy at 7500.00 cm⁻¹: 1.72%
Minimum Energy Value: 0.20% Energy at 370.00 cm⁻¹: 1.52%
Energy at 8000.00 cm⁻¹: 0.76% Energy at 350.00 cm⁻¹: 0.87%

Wavenumber Accuracy Test Water Vapor ✓

Expected Band: 1554.353 cm⁻¹ Measured Band: 1554.348 cm⁻¹
Maximum Deviation: 0.010 cm⁻¹ Measured Deviation: 0.005 cm⁻¹

Photometric Accuracy Test ✓

Maximum Zero Crossing Value: 0.070% Measured Value: 0.060%

Scan Time Test ✓

Maximum Scan Time: 10.00 Sec Measured Scan Time: 7.40 Sec

Overall Test Result = PASSED ✓

Рисунок 3

8.4.2.6 Рассчитывается абсолютная погрешность (точность длины волны Water Vapor) на длине волны поглощения паров воды атмосферы равной 1551,353 см⁻¹.

8.4.2.7 Фурьер-спектрометры считаются прошедшим операцию поверки, если пределы абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел не превышают ± 0,01 см⁻¹.

8.4.3 Определение отношения сигнал/шум

8.4.3.1 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. Определяются наилучшие значения "peak-to-peak" (P-Pmax = noise quantity) через каждые 50 см⁻¹ в диапазоне 2200 – 2100 см⁻¹ при спектральном разрешении 4 см⁻¹ и бти сканах. Для инфракрасного спектра, чтобы избежать влияния пиков водяного пара (около 4500 – 3500 см⁻¹ и 2100 – 1300 см⁻¹) и CO₂ (около 2400 – 2300 см⁻¹), используется диапазон шума 2200 – 2100 см⁻¹.

8.4.3.2 Проверку отношения сигнал-шум проводят по результатам анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP – Test). В OQ – Тесте в строке «Тест чувствительности» указаны минимально допустимые и измеренные значения

соотношения сигнал/шум.

8.4.3.3 Фурье-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение соотношения сигнал/шум составляет:

-для VERTEX 70/70v – не менее 7000:1;

-для VERTEX 80/80v – не менее 7500:1.

8.4.4 Определение спектрального разрешения

8.4.4.1 Проверку спектрального разрешения проводят по результатам анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP – Test). Провести OQ-тест согласно п. 8.4.2.1 – 8.4.2.5 данной методики поверки.

8.4.4.2 Измерение проводится по парам воды атмосферы. Определяется ширина пика на половине высоты линии поглощения воды $1554,35 \text{ см}^{-1}$.

8.4.4.3 Фурье-спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение спектрального разрешения:

-для VERTEX 70/70v – не более $0,4 \text{ см}^{-1}$;

-для VERTEX 80/80v – не более $0,2 \text{ см}^{-1}$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Фурье-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 - 8.4.4 фактических значений метрологических характеристик фурье-спектрометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма 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 фурье-спектрометры допускают к эксплуатации.

9.2 Фурье-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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

к Методике поверки «Фурье-спектрометры серии VERTEX, модификации VERTEX 70, VERTEX 70v, VERTEX 80, VERTEX 80v»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки

от « _____ » _____ **201** года

Средство измерений: Фурье-спектрометры серии VERTEX, модификации VERTEX 70,

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

VERTEX 70v, VERTEX 80, VERTEX 80v

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 «Фурье-спектрометры серии VERTEX, модификации VERTEX 70, VERTEX 70v, VERTEX 80, VERTEX 80v. Методика поверки

МП 070.Д4-15», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2015

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 18 - 35

- относительная влажность воздуха, %, не более 80

более

- атмосферное давление, кПа 84 - 106

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность