

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 – Операции при проведении поверки

№ 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

(п. 2.1 с изменением №1 согласно извещению об изменении №1)

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 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 ⁻¹ ; номинальные значения характеристических полос поглощения (при T = 25 °C), см ⁻¹ : (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 ⁻¹ .

(п. 3.1 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть аттестованы (поверены) 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.

(п. 5.1с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

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 12.1.019-2017, а также требования руководства по эксплуатации спектрометров.

(п. 5.3 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

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, °С 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).

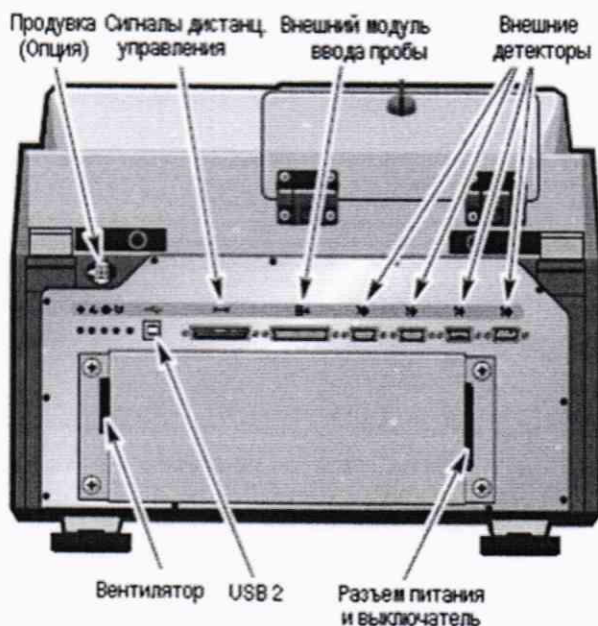


Рисунок 1 – Задняя панель спектрометра

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

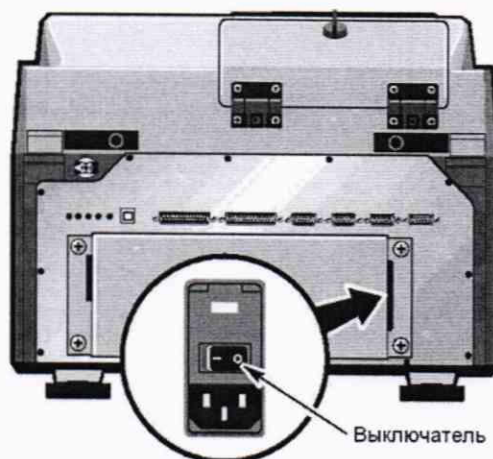


Рисунок 2 – Выключатель и разъем электропитания спектрометра

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 спектрометра (см. рисунок 3).

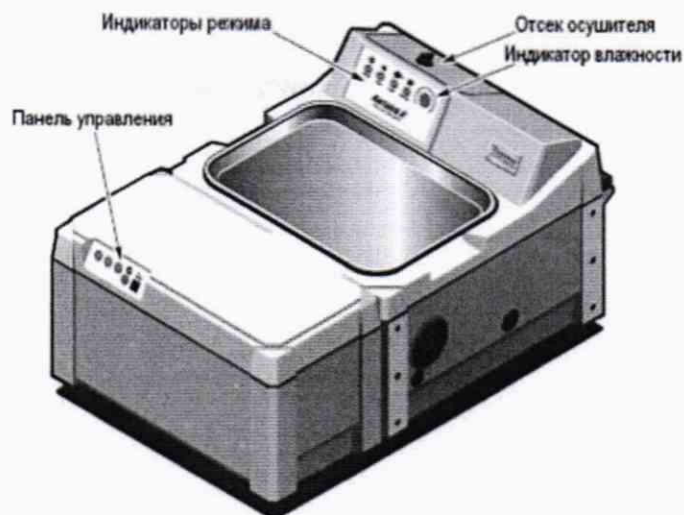



Рисунок 3 – Передняя панель спектрометра

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.

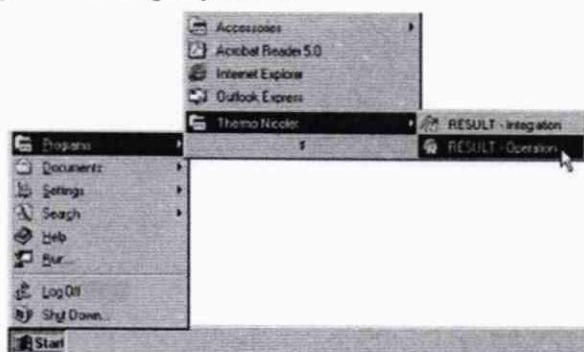


Рисунок 4 – Запуск ПО RESULT

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).

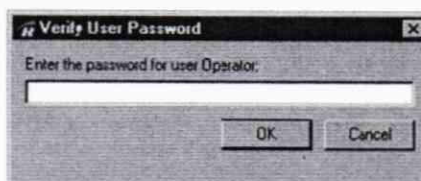


Рисунок 5 – Окно ввода пароля

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

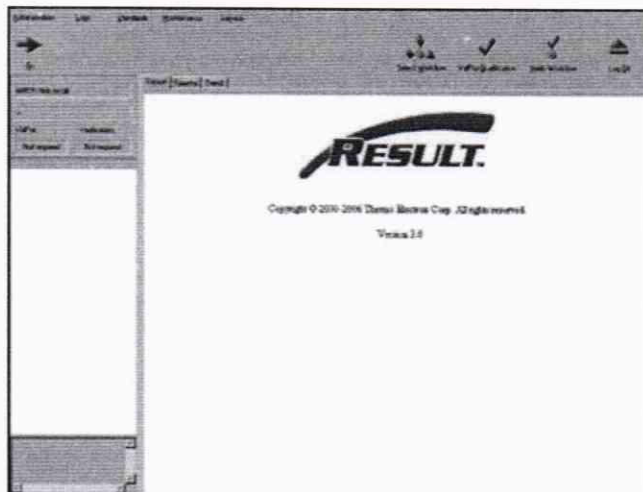


Рисунок 6 – Рабочее окно ПО

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 «Maintenance», и затем нажать на раздел «About Result» (см. рисунок 7).

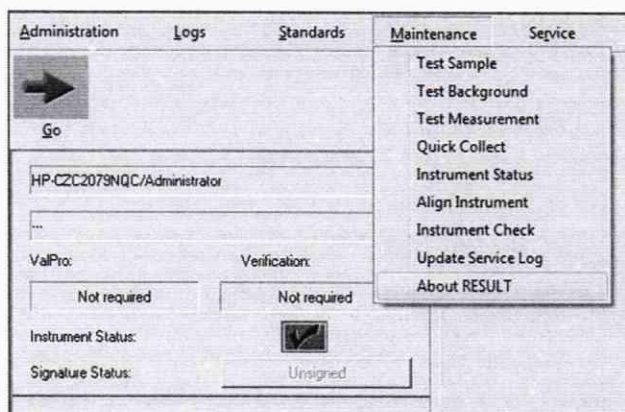


Рисунок 7 - Идентификационные данные программного обеспечения

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

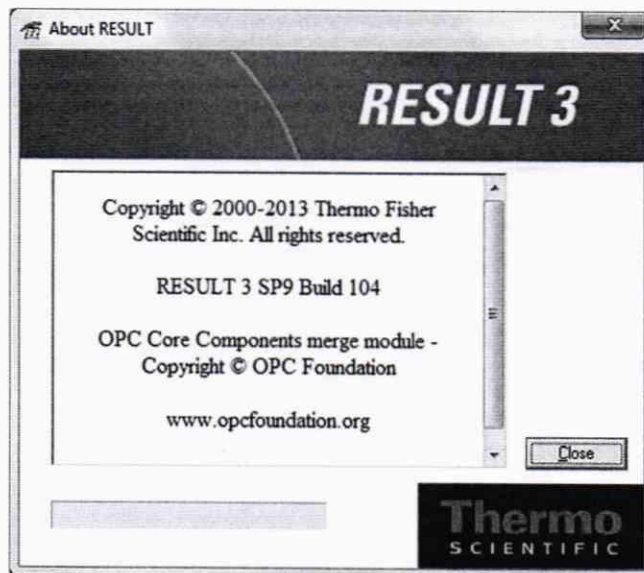


Рисунок 8

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

Таблица 3 – Идентификационные данные

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

(п. 8.2.2 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

8.3 Опробование

8.3.1 На рабочем столе ПО открыть меню «Maintenance» и выбрать пункт «Instrument Status». Выберите все пункты в открывшемся списке, затем нажмите «ОК».

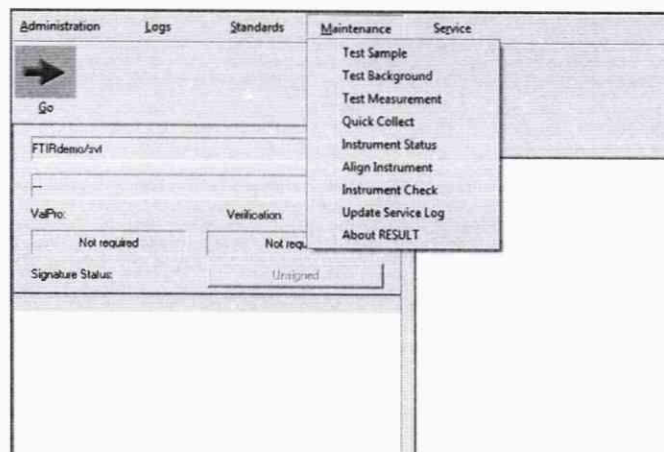


Рисунок 9 – Меню «Maintenance»

ПО автоматически выполняет проверку спектрометра и формирует отчет. Параметры «Laser», «Laser alignment», «Source» и «Power» должны иметь значение «within manufacturers specifications». Серийный номер «Antaris Serial Number» должен совпадать с серийным номером, указанным на шильдике спектрометра, а последняя графа таблицы «Instrument Status Values» должна содержать только значения «Pass» на зеленом фоне.

(п. 8.3.1 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

8.3.2 Определяют среднеквадратичный уровень шума в отобранном диапазоне. Для этого через меню «Instrument Check» выберите канал измерения «Transmission Sample»/«Integrating Sphere Sample» в соответствии с комплектацией, отметьте пункт «Archive Spectral Data», дайте спектрам название для их дальнейшего использования и нажмите «OK» (рисунок 10).

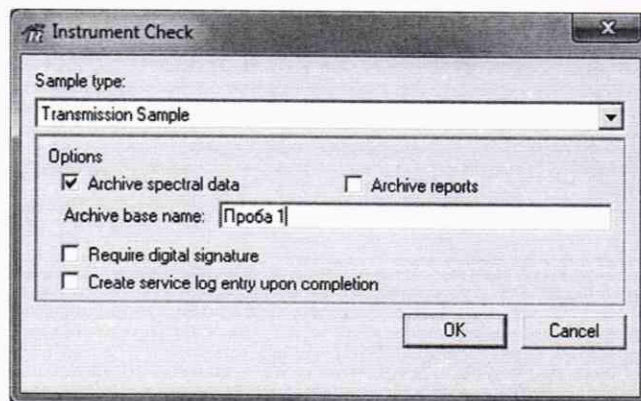


Рисунок 10 – Запуск Instrument Check

По окончании регистрации спектров открывают спектр, содержащий в названии строку «Проба 1 100% line», переводят спектр в формат оптической плотности. Среднеквадратичное (RMS) значение шумов автоматически рассчитывается при помощи программного обеспечения интервале от 6800 до 5800 см⁻¹, значение выводится на экран ПК.

(п. 8.3.2 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

8.3.3 Определяют спектральное разрешение. Измерения проводят по парам воды в атмосфере. Спектрометры проверяются при самом высоком разрешении, измеряя ширину пика воды на половине ее интенсивности. Для определения спектрального разрешения спектрометров вызывают меню «Quick Collect», устанавливают параметры, указанные на рисунке 11. В строке «Sample type» устанавливается «Transmission Sample»/«Integrating Sphere Sample» (в соответствии с комплектацией). Установить «Attenuator» – «C Screen» при «Transmission Sample», «Empty» при «Integrating Sphere Sample». Записывают линии в однолучевом режиме с максимальным разрешением.

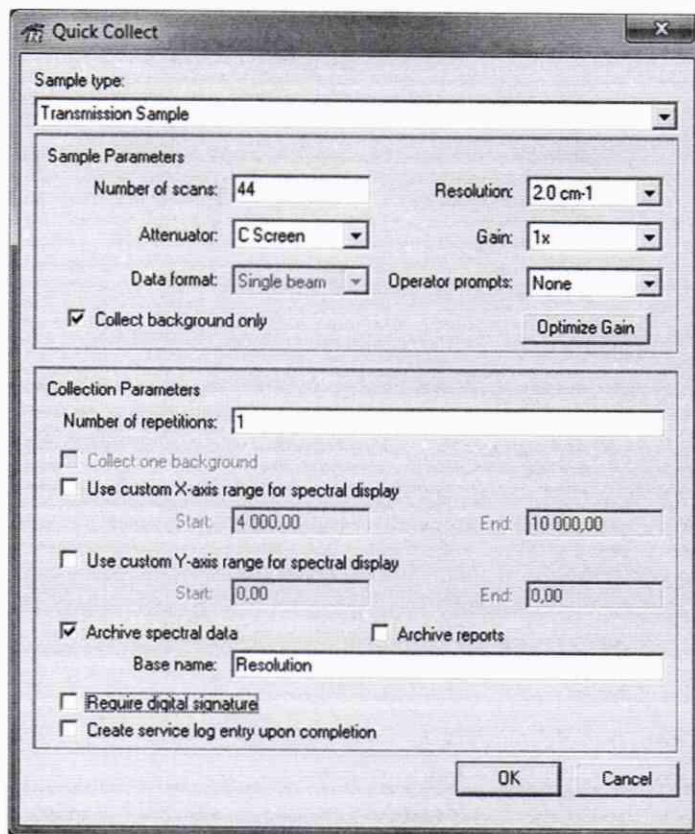


Рисунок 11 – Запуск регистрации спектра для определения разрешения

По окончании регистрации спектров открывают самый последний файл «Background» по времени регистрации из папки C:\Result Data\Backgrounds и определяют ширину пика около 7299 см^{-1} на половине его интенсивности.

(п. 8.3.3 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

8.3.4 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение предельного среднеквадратичного уровня шума в диапазоне от 6800 до 5800 см^{-1} не превышает $99 \cdot 10^{-6}$ е.о.п., спектральное разрешение (численное значение) не превышает 4 см^{-1} .

(п. 8.3.4 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 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.

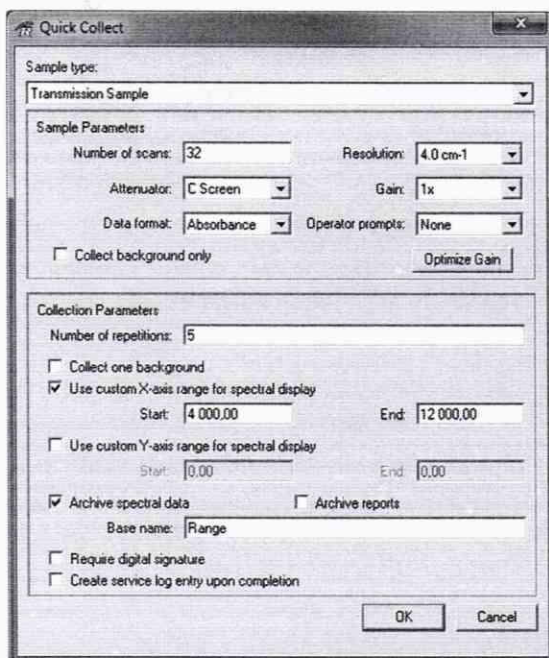


Рисунок 12 – Диалоговое окно Quick Collect

В строке «Sample type» устанавливается «Transmission Sample»/«Integrating Sphere Sample» (в соответствии с комплектацией). В разделе «Sample Parameters» (Параметры образца) установите количество сканирований «Number of scans» 32, «Resolution» (Разрешение) 4 см⁻¹. Установить «Attenuator» – «C Screen» при «Transmission Sample», «Empty» при «Integrating Sphere Sample». 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⁻¹ и конечную «End» 12000 см⁻¹ границы измерения. Остальные настройки установлены по умолчанию.

(п. 8.4.1.2 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 1)

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⁻¹. 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 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 – измеренные значения волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения, см^{-1} .

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 ν_{oi} – действительные значения линий поглощения спектра, 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 $\Delta \nu$, см^{-1} .

8.4.1.8 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел составляет от 12000 до 4000 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 см^{-1} .

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

(п. 9.1 с изменением №1 согласно извещению об изменении № 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 на корпус спектрометра 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. На них выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

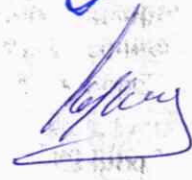
Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

 А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

 А.Н. Шобина

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»

 В.А. Кормилицина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
к Методике поверки МП 034.Д4-18 с Изменением №1
«ГСИ. Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris II. Методика поверки»

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 с Изменением №1 «ГСИ. Фурье - спектрометры инфракрасные модели Antaris II. Методика поверки»,
утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 02 апреля 2020 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 А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

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

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица А.2 - Результаты измерений Фурье - спектрометров инфракрасных модели Antaris II

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

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

подписи, ФИО, должность