

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

09 _____ **2018 г.**

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Фурье-спектрометры инфракрасные моделей

FT/IR-4600, FT/IR-4700, FT/IR-6600,

FT/IR-6700, FT/IR-6800

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 68-251-2017

Екатеринбург

2018 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Операции поверки	4
4 Средства поверки.....	5
5 Требования безопасности	5
6 Условия поверки	5
7 Подготовка к поверке	5
8 Проведение поверки	5
8.1 Внешний осмотр	5
8.2 Опробование	5
8.3 Проверка метрологических характеристик.....	6
9 Оформление результатов поверки.....	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры инфракрасные моделей FT/IR-4600, FT/IR-4700, FT/IR-6600, FT/IR-6700, FT/IR-6800 (далее - спектрометры), выпускаемые фирмой «JASCO INTERNATIONAL CO., LTD.», Япония, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ Р 8.763-2011 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 50 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм»

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	8.3.1	да	да
3.2 Проверка спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел	8.3.2	да	да
3.3 Проверка спектрального разрешения	8.3.3	да	да
3.4 Проверка отношения сигнал/шум	8.3.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- эталон единицы длины волны (волнового числа) 2 разряда в диапазоне значений от 3200 до 18600 нм (от 3100 до 537 см⁻¹) 1-й части по ГОСТ Р 8.763-2011 (мера волнового числа МВЧ-001).

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры, относительной влажности и атмосферного давления окружающей среды, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений охватывающими условия по п. 6.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

4.4 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +25
- относительная влажность, %	не более 80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106
- напряжение переменного тока, В	220 ⁺²² ₋₃₃
- частота переменного тока, Гц	50±1

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей, источников тепла, механических вибраций.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Эталон подготовить к работе в соответствии с Правилами содержания и применения.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Включить спектрометр и проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее - ПО) спектрометра. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО может быть просмотрено путем последовательного нажатия следующих пунктов меню: Help→About. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Spectra Manager Version 2
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.00
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

Проверку абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел провести с помощью меры волнового числа из состава эталона единицы длины волны (волнового числа).

8.3.1.1 Установить следующие параметры измерения:

- на вкладке [Standard] (стандарт) установить опцию [Number of Scan] (число сканирований) равным 10 (накоплений);
- установить [Resolution] (разрешение) равным 4 см^{-1} ;
- установить диапазон [Range] в пределах от 4000 до 400 см^{-1} ;
- выбрать вкладку [Data], выбрать значения [% T] (% пропускания), включить опцию [Send data to «spectra analysis»] (передать данные на спектральный анализ).

8.3.1.2 Измерить фон:

- выбрать опцию [Monitor Background] (отслеживать фон) в меню [Measure] (измерение) программы Spectra Measurement (спектральное измерение);
- просмотреть предварительный спектр, показанный в окне [Monitor Background] (отслеживать фон) и, если не возникло никаких проблем, нажать кнопку <OK> чтобы начать действительное измерение.

8.3.1.3 Установить образец:

- открыть крышку камеры для образцов и вставить меру волнового числа МВЧ-001 из состава эталона единицы длины волны (волнового числа) в держатель.

8.3.1.4 Измерить образец:

- выбрать опцию [Monitor Sample] (отслеживание образца) из меню [Measure] (измерение) программы Spectra Measurement (спектральное измерение);
- выбрать вкладку [Information] (информация) в диалоговом окне [Monitor Sample] и ввести наименования образца (опция [Sample]);
- проверить предварительный вид профиля спектра и нажать кнопку <OK> для запуска измерения;
- когда измерение заканчивается, автоматически запускается программа Spectra Analysis (спектральный анализ) и открывается окно с последним измеренным спектром.

8.3.1.5 Сохранить спектр:

- выбрать [Save As...] (сохранить как) в меню [File] (файл). Появляется диалоговое окно [Save As] (сохранить как);
- удостовериться в том, что тип файла соответствует файлам компании «JASCO INTERNATIONAL CO., LTD.» с расширением JWS [JASCO Std. (*.JWS)] в выпадающем меню [Save as Type] (сохранить как тип);
- используя выпадающий список [Save in] (сохранить в), выбрать директорию (папку) для сохранения спектра;
- после выбора места хранения ввести имя файла в поле [File Name] (имя файла);
- после ввода имени файла нажать кнопку <OK>.

8.3.1.6 Измерение меры волнового числа МВЧ-001 из состава эталона единицы длины волны (волнового числа) провести еще четыре раза в соответствии с п. 8.3.1.4 и п. 8.3.1.5.

8.3.1.7 Записать значения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания в диапазоне от 4000 до 400 см^{-1} (значения указаны в свидетельстве о поверке меры волнового числа МВЧ-001) для каждого полученного спектра.

Рассчитать абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел по формуле

$$\Delta_{ij} = v_{npj} - v_{эmi}, \quad (1)$$

где v_{npj} - результат j -го измерения волнового числа, соответствующий i -ой минимальной ординате линии пропускания, см^{-1} ;

$v_{эmi}$ - действительное значение волнового числа, соответствующее i -ой минимальной ординате линии пропускания, указанное в свидетельстве о поверке на меру волнового числа из состава эталона единицы длины волны (волнового числа), см^{-1} .

За абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел принимают максимальное значение из ряда данных, вычисленных по п. 8.3.1.7.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

8.3.2 Проверка спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел

Проверку спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел производится одновременно с проверкой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел по п. 8.3.1.

За диапазон измерений по шкале волновых чисел принимают диапазон измерений, указанный в таблице 2, если полученные значения абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 2.

Допускается проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

8.3.3 Проверка спектрального разрешения

Проверку спектрального разрешения проводят с помощью паров воды в атмосфере (камера для образцов пустая). Для проверки спектрального разрешения необходимо:

- на вкладке [Standard] (стандарт) установить опцию [Number of Scan] (число сканирований) равным 10 (накоплений);

- установить [Resolution] (разрешение): $0,7 \text{ см}^{-1}$ - для модели FT/IR-4600; $0,4 \text{ см}^{-1}$ - для моделей FT/IR-4700, FT/IR-6600; $0,25 \text{ см}^{-1}$ - для моделей FT/IR-6700 и FT/IR-6800;

- установить диапазон [Range] в пределах от 1475 до 1450 см^{-1} ;

- выбрать вкладку [Data], выбрать значения [Abs] (степень поглощения), включить опцию [Send data to «spectra analysis»] (передать данные на спектральный анализ);

- измерение образца провести в соответствии с п. 8.3.1.4, п. 8.3.1.5 используя пустую камеру для образцов;

- с помощью операций меню управляющего программного обеспечения определяют ширину на половине высоты линии поглощения паров воды самого узкого пика в установленном диапазоне.

Аналогично проводят проверку спектрального разрешения, устанавливая [Resolution] (разрешение): 1; 2; 4; 8; 16; 32 (для моделей FT/IR-4600, FT/IR-4700, FT/IR-6600), 0,5; 1; 2; 4; 8; 16; 32 (для моделей FT/IR-6700, FT/IR-6800).

Полученные значения спектрального разрешения должны быть не более значений, указанных в таблице 2.

Допускается проводить проверку спектрального разрешения для тех разрешений, при которых эксплуатируется спектрометр. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

8.3.4 Проверка отношения сигнал/шум

Для проверки отношения сигнал/шум необходимо:

- на вкладке [Standard] (стандарт) установить опцию [Number of Scan] (число сканирований) равным 10 (накоплений);

- установить [Resolution] (разрешение) равным 4 см^{-1} ;
- установить диапазон [Range] в пределах от 2220 до 2170 см^{-1} (чтобы избежать влияния пиков паров воды в диапазонах $(4500 - 3500) \text{ см}^{-1}$, $(2100 - 1300) \text{ см}^{-1}$ и пиков диоксида углерода в диапазоне $(2400 - 2300) \text{ см}^{-1}$).

Провести регистрацию линии 100% пропускания образца десять раз (спектр образца с пустым кюветным отделением) в течении 1 минуты.

Вычислить отношение сигнал/шум по формуле

$$N_{(c/w)i} = \frac{100 \cdot 2\sqrt{2}}{T_{(\max)i} - T_{(\min)i}}, \quad (2)$$

где $T_{(\max)i}$ - максимальное значение пропускания в диапазоне от 2220 до 2170 см^{-1} для i -го спектра, %;

$T_{(\min)i}$ - минимальное значение пропускания в диапазоне от 2220 до 2170 см^{-1} для i -го спектра, %.

За отношение сигнал/шум принимается минимальное значение из ряда данных, вычисленных по формуле 2.

Полученное значение отношения сигнал/шум должно удовлетворять требованиям таблицы 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики				
	FT/IR-4600	FT/IR-4700	FT/IR-6600	FT/IR-6700	FT/IR-6800
Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см^{-1}	от 4000 до 400		от 4000 до 400		
Спектральный диапазон показаний по шкале волновых чисел, см^{-1}	от 15000 до 220		от 25000 до 10		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см^{-1}	$\pm 1,0$				
Спектральное разрешение, см^{-1}	0,7; 1; 2; 4; 8; 16; 32	0,4; 1; 2; 4; 8; 16; 32	0,4; 1; 2; 4; 8; 16; 32	0,25; 0,5; 1; 2; 4; 8; 16; 32	0,25; 0,5; 1; 2; 4; 8; 16; 32
Отношение сигнал/шум ¹⁾ , не менее	25000:1	35000:1	45000:1	47000:1	55000:1
¹⁾ «RMS», в режиме пропускания, при сканировании в течение 1 мин, разрешении 4 см^{-1} , вблизи 2200 см^{-1}					

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на спектрометр в соответствии с описанием типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»


_____ **Е.П. Собина**

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ
Фурье-спектрометр инфракрасный (модель), зав № _____

Документ на поверку: МП 68-251-2017 «ГСИ. Фурье-спектрометры инфракрасные моделей FT/IR-4600, FT/IR-4700, FT/IR-6600, FT/IR-6700, FT/IR-6800. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °C _____
- относительная влажность, % _____
- атмосферное давление, кПа _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

№	Действительное значение волнового числа, соответствующее <i>i</i> -ой минимальной ординате линии пропускания, указанное в свидетельстве о поверке на меру волнового числа из состава эталона единицы длины волны (волнового числа), см ⁻¹ ($\nu_{эти}$)	Результат <i>j</i> -го измерения волнового числа, соответствующий <i>i</i> -ой минимальной ординате линии пропускания, см ⁻¹ ($\nu_{приj}$)	Абсолютная погрешность измерений, см ⁻¹ (Δ_{ij})	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹
1				±1,0
2				
...				
$\Delta_{ijmax} =$				

Таблица А.2 - Результаты проверки спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел

Диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹	Значение

Таблица А.3 - Результаты проверки спектрального разрешения

Полученное спектральное разрешение, см ⁻¹	Требования методики поверки

Таблица А.4 - Результаты проверки отношения сигнал/шум

Полученное отношение сигнал/шум	Требования методики поверки

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись

(Ф.И.О.)