

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская

«14» января 2015г

Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье-спектрометры TENSOR II

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 017.Д4-15

г.р. 61339-15

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н.Негода

«14» января 2015

Москва
2015 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры TENSOR II (далее по тексту – фурье-спектрометры), предназначенные для измерения оптических спектров органических и неорганических веществ по шкале волновых чисел в инфракрасном (ИК) диапазоне, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверок.

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 по шкале волновых чисел 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 средств измерений осуществляют аккредитованные в установленной 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 0,025-0,070 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) Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 4000 - 450 см⁻¹ 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. Пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T = 293,15 K) ± 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) Основные метрологические характеристики: спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 10300 - 5130 см⁻¹; номинальные значения линий поглощения спектра, см⁻¹: 5138,5 ± 0,5; 6805,3 ± 0,9; 7313,8 ± 0,7; 8179,4 ± 0,9; 8682,2 ± 1,3; 9294,1 ± 0,8; 10245,6 ± 0,6; пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T = 293,15 K) ± 0,5 см⁻¹.</p>

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 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 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. 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 и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н.

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 корродирующих 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

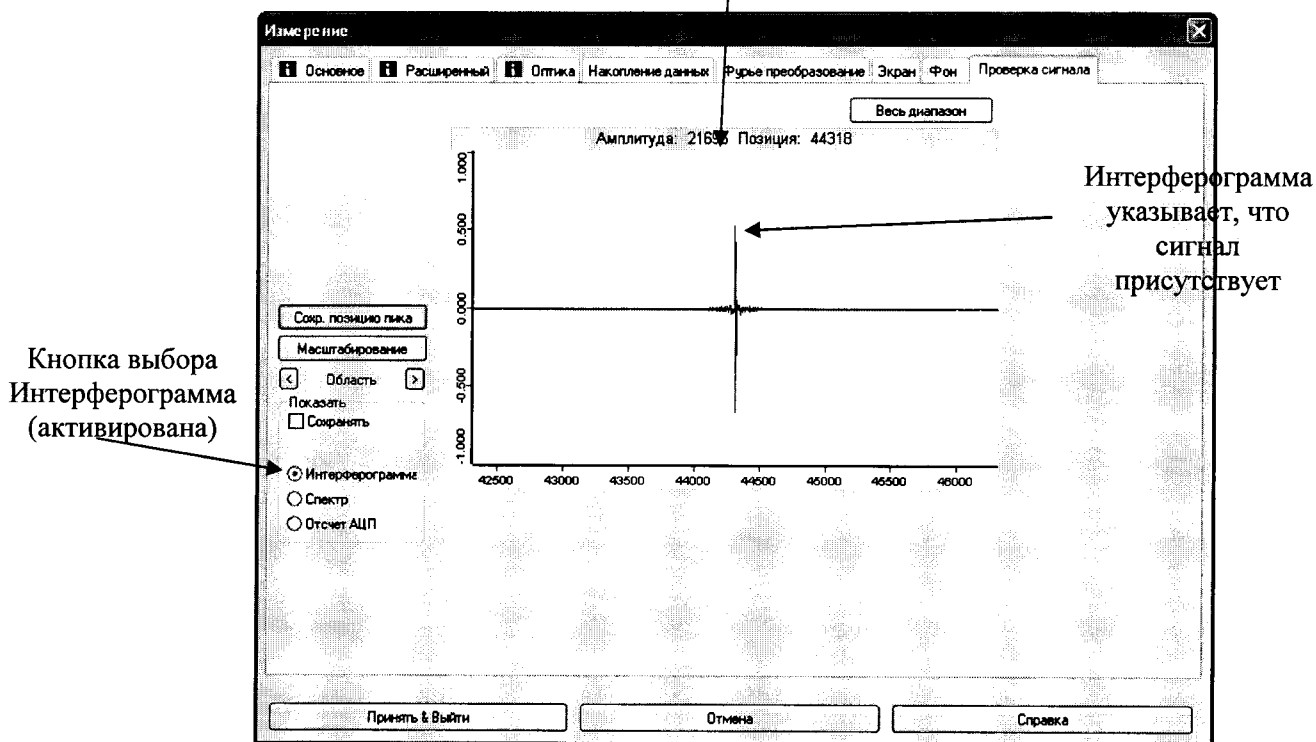


Рисунок 1

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-спектрометр считается прошедшим 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 проверку, 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	7.5 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 0,025-0,070 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 плечки. 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 2 (два) раза.

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, установив Интервал сканирования 8000 - 3800 см⁻¹. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий в областях поглощения 5138, 6805, 7313, 8179 см⁻¹. Записать спектр трижды.

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

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

8.4.1.5 Фурье-спектрометры считаются прошедшим поверку, если спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел составляет 8000 – 340 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 Протокол теста			
Компания:	Bruker Moskow		
Оператор:	Default		
Тип прибора:	Tensor II Sample Compartment RT-DLaTGS		
Конфигурация оптики:	Sample Compartment with: MIR, KBr, RT-DLaTGS [Internal]		
Приставки:	None		
Серийный номер прибора	168		
Версия Инструмент Firmware:	2.430 May 28 2014		
Версия OPUS/DB:	OPUS 7.5 Build: 7, 5, 18 / DB: 7,5,18,424		
Результат теста	ПРОЙДЕН		
Тест истекает:	11.12.2014, 10:53:57 (GMT+4)		
Дата/Время Теста:	17.11.2014, 10:53:57 (GMT+4)		
Путь Тестовых Спектров:	C:\Documents and Settings\All Users\Документы\Bruker\OPUS_7.5.18\Validation\Data\20141117\105357		
Дата последнего измерения PQ	14.11.2014		
Комментарий:			
Тест сигнал/шум			
Минимальный S/N(область 1):	3000	Измеренный S/N:	11613
Тест 100%-ной линии			
Макс. отклонение от 100% линии:	0.5	Измер. отклонение от 100% линии:	0.11
Тест пик интерферограммы			
Миним. амплитуда[%]:	70	Измеренная амплитуда[%]:	97.5
Тест энергии			
Макс. допустимое значение:	30	Измеренное значение:	0.7
Тест точности волнового числа - Polystyrene (30.5 град. C, пик корр. по тем-ре			
Материал образца:	Polystyrene		
Специфицир. пик:	1601.45 см ⁻¹	Макс. отклонение:	0.50 см ⁻¹
Измеренный пик:	1601.16 см ⁻¹		
Скоррект. пик:	1601.23 см ⁻¹	Измеренное отклонение:	0.22 см ⁻¹
Тест фотометрической повторяемости - Стекл. фильтр А			
Макс. отклонение[%]:	0.8	Измер. отклонение[%]:	0.08

Результат теста = ПРОЙДЕН

Рисунок 2

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

OVP - OQ Протокол теста



Компания: Bruker Moscow
Оператор: Default
Тип прибора: Tensor II Sample Compartment RT-DLaTGS
Конфигурация оптики: Sample Compartment with: MIR, KBr, RT-DLaTGS [Internal]
Приставки: None
Серийный номер прибора: 168
Версия Инструмент Firmware: 2.430 May 28 2014
Версия OPUS/DB: OPUS 7.5 Build: 7, 5, 18 / DB: 7,5,18,424
Результат теста: ПРОЙДЕН
Тест истекает: 17.11.2015, 10:53:57 (GMT+4)
Дата/Время Теста: 17.11.2014, 10:53:57 (GMT+4)
Путь Тестовых Спектров: C:\Documents and Settings\All Users\Документы\Bruker
\OPUS_7.5.18\Validation\Data\20141117\105357
Комментарий:

Тест разрешения

Пик паров воды: 1554.35 см⁻¹
Макс. разрешение: 0.40 см⁻¹ Измеренное разрешение: 0.36 см⁻¹

Тест чувствительности

Диапазон измерения, Начало: 2200.00 см⁻¹ Диапазон измерения, Конец: 2100.00 см⁻¹
Минимальный S/N: 6000 Измеренный S/N: 11101.05

Тест распределения энергии

Миним. значение энергии: 0.10% Энергия при 7500.00 см⁻¹: 1.21%
Миним. значение энергии: 0.20% Энергия при 370.00 см⁻¹: 4.83%

Тест точности волнового числа Water Vapor

Ожидаемый пик: 1554.353 см⁻¹ Измеренный пик: 1554.354 см⁻¹
Максимальное отклонение: 0.010 см⁻¹ Измеренное отклонение: 0.001 см⁻¹

Тест фотометрической точности

Максимум нулевого значения: 0.100% Измеренное значение: 0.052%

Тест времени сканирования

Макс. время сканирования: 5.00 Sec Измеренное время сканирования 2.82 Sec

Тест поз. интерферограммы

Диапазон Интерферограммы : 46500 - 42500 Измеренная Позиция пика: 44330
Амплитуда Пика: 29693

Результат теста = ПРОЙДЕН



Рисунок 3

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

8.4.2.5 Фурьер-спектрометры считаются прошедшим поверку, если пределы абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел не превышают $\pm 0,01$ 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 6ти сканах. Для инфракрасного спектра, чтобы избежать влияния пиков водяного пара (около 4500 – 3500 см⁻¹ и 2100 – 1300 см⁻¹) и CO₂

(около $2400 - 2300 \text{ см}^{-1}$), используется диапазон шума $2200 - 2100 \text{ см}^{-1}$.

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 поверку, если измеренное значение соотношения сигнал/шум составляет не менее 6000:1

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 Фурьер-спектрометры считаются прошедшими поверку, если измеренное значение спектрального разрешения не хуже (не более) $0,4 \text{ см}^{-1}$.

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 - 8.4.3 фактических значений метрологических характеристик фурье-спектрометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно ПР 50.2.006-94 «ГСИ. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения», и комплекс 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 ПР 50.2.006-94.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

 А.В.Иванов

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

