

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов

«05» февраля 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье - спектрометры инфракрасные модели Nicolet Summit

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 016.Д4-20**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«05» февраля 2020 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

«05» февраля 2020 г.

Москва
2020 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье - спектрометры инфракрасные модели Nicolet Summit (далее – спектрометры), предназначенные для измерений оптических спектров пропускания органических и неорганических веществ по шкале волновых чисел в инфракрасном диапазоне, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

Таблица 1 – Метрологические характеристики фурье - спектрометров инфракрасных модели Nicolet Summit

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹	от 3100 до 500
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹	±1,0
Спектральное разрешение, см ⁻¹ , не более	2,0

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции при проведении первичной и периодической поверок

№ 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 измерений по шкале волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Расчет абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	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 3.

Таблица 3 - Средства поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	Мера волнового числа МВЧ-001 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 67321-17)	Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: от 3100 до 537 см ⁻¹ ; Номинальные значения воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания и их допускаемые отклонения, см ⁻¹ : (3082 ± 10); (3060 ± 10); (2849 ± 10); (1943 ± 10); (1802 ± 10); (1601 ± 10); (1154 ± 10); (1028 ± 10); (841 ± 10); (540 ± 10); Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания ± 0,5 см ⁻¹ .

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 3, 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.

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.

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.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 18 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70;
- атмосферное давление, кПа от 94 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 проведения поверки – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Проверить наличие средств поверки спектрометров, указанных в таблице 3, укомплектованность их документацией и необходимыми элементами соединений.

7.2 Изучить руководство по эксплуатации спектрометров.

7.3 Выдерживать спектрометры в течение 40 минут в условиях указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

7.4 Подключить спектрометр к персональному компьютеру и сети электропитания в соответствии с 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 нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность;

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 Включение спектрометра

8.2.1.1 Произвести включение в соответствии с руководством по эксплуатации на спектрометр.

8.2.1.2 При включении спектрометр проходит процесс инициализации и прогрев, на индикаторе «LightBar» периодически перемещается зеленый свет. Время прогрева составляет около 2 минут. Когда весь индикатор «LightBar» начинает светиться сплошным зеленым светом – спектрометр готов к работе.

8.2.1.3 На рабочем столе персонального компьютера (далее - ПК) активируют программное обеспечение «OMNIC Paradigm» (далее - ПО) двойным нажатием по ярлычку «OMNIC Paradigm». Несанкционированный доступ к ПО возможно исключить посредством ограничения прав учетной записи пользователя. На экране ПК отображается основное рабочее окно ПО.

8.2.2 Диагностика системы

8.2.2.1 Для диагностики спектрометра в основном рабочем окне ПО открыть вкладку «Acquire Data» (Получить данные) - «Diagnostics» (Диагностика) (см. рисунок 1).

Произвести корректировку оптики спектрометра, для этого выбрать «Align Spectrometer» (Выровнять оптику спектрометра), в диалоговом окне нажмите «Start» (Пуск). ПО автоматически произведет корректировку оптики.

Произвести калибровку и корректировку лазера, для этого откройте вкладку «Laser Calibration» (Калибровка лазера). В диалоговом окне «Laser Calibration» нажмите «Start» (Пуск), чтобы запустить калибровку лазера. ПО автоматически производит корректировку лазера.

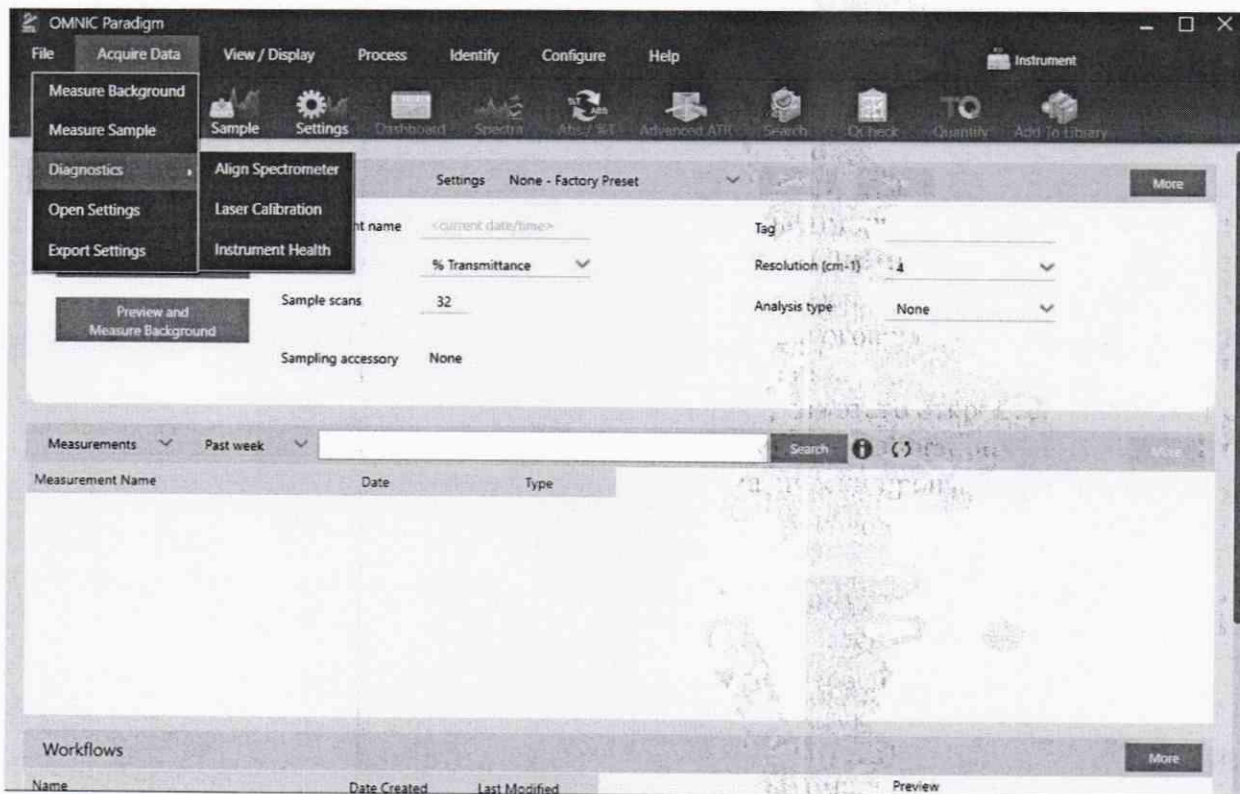


Рисунок 1

8.2.2.2 Открыть вкладку «Acquire Data» - «Diagnostics» - «Instrument Health», где отображается протокол с результатами диагностики (см. рисунки 2).

System Status					
	Component	Current Value	Minimum	Maximum	Status
Power	+12V Power	11.97	10.80	13.20	Pass ✓
	+5V Power	5.22	4.50	5.50	Pass ✓
	3.3V Core	3.30	3.00	3.60	Pass ✓
	-12V Power	-12.00	-13.20	-10.80	Pass ✓
Instrument	Source VDC	9.00	8.00	10.00	Pass ✓
	Source Current	1.91	0.50	2.50	Pass ✓
	Laser Current	2.14	1.00	3.00	Pass ✓
Environment	Board Temperature	52.37	0.50	70.00	Pass ✓
	Modulator Temperature	39.18	0.00	70.00	Pass ✓
Advanced	Drive Voltage	1.08	0.00	3.00	Pass ✓
	Endplate X Position	-112.29	-	-	Pass ✓
	Endplate Y Position	39.14	-	-	Pass ✓
	Endplate X Phase	17.26	-	-	Pass ✓
	Endplate Y Phase	7.11	-	-	Pass ✓
	LaserX	5.02	-	-	Pass ✓
	LaserY	5.06	-	-	Pass ✓
	LaserR	4.90	-	-	Pass ✓
	Firmware Version	1.14	-	-	Pass ✓
	LaserX Gain	36.00	-	-	Pass ✓
	LaserY Gain	42.00	-	-	Pass ✓
	LaserR Gain	38.00	-	-	Pass ✓
Connection	Network Connection	Ethernet not connected	-	-	

Рисунок 2

8.2.2.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию опробования, если в протоколе прохождения диагностики «System Status» в графе «Status» все измеренные параметры отмечены «Pass» (Прошел).

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрометры.

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрометров необходимо в рабочем окне ПО зайти во вкладку «Help» - «About». На рабочем окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 3).

OMNIC Paradigm

Package version

1.1 Hot Fix 2 (Build 16)

Thermo Software IQ

© 2019 Thermo Fisher Scientific, Inc. All rights reserved.

thermoscientific

Рисунок 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

8.3.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OMNIC Paradigm
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел

8.4.1.1 Для определения спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел необходимо измерить спектр сравнения, для этого открыть вкладку «Acquire Data» (Получить данные) – «Measure Background», установить параметры: «Final format» - «Transmittance»; «Sample scans» 32; «Resolution (cm⁻¹)» 4. Нажмите «Start» (Пуск).

8.4.1.2 По завершении измерения спектра сравнения установить в кюветное отделение спектрометра меру волнового числа МВЧ-001 для определения спектрального диапазона от 3100 до 500 см⁻¹ и открыть вкладку «Acquire Data» (Получить данные) – «Measure Sample», для запуска измерения нажмите «Start» (Пуск).

8.4.1.3 По завершении измерения МВЧ-001 на экран рабочего окна открывается спектр поглощения меры волновых чисел (см. рисунок 4). Для определения пиков спектра поглощения меры волновых чисел необходимо на основном рабочем окне выбрать вкладку «Identify» (Идентификация) - «Find Peaks» (Поиск пиков).

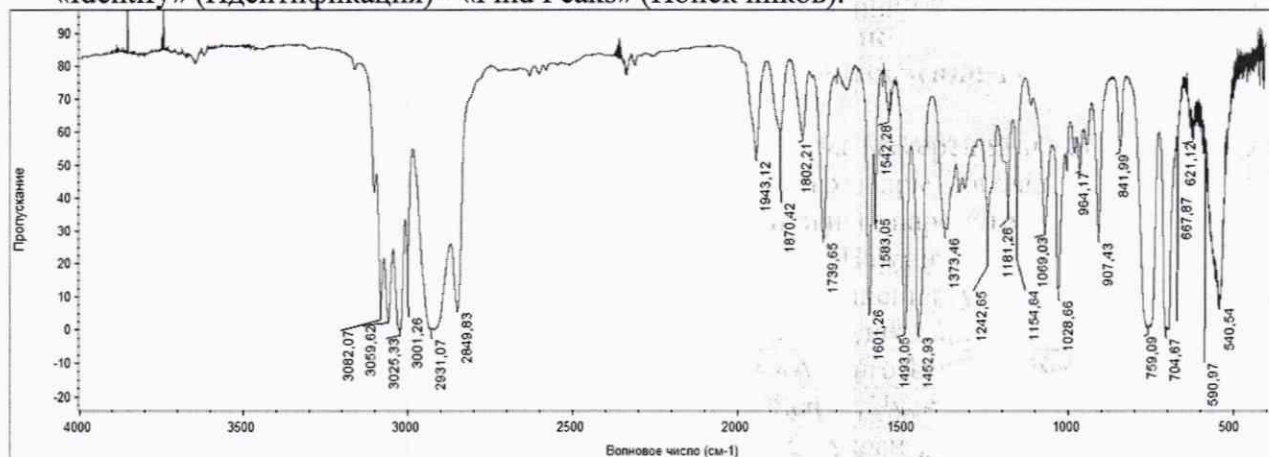


Рисунок 4 - Спектр поглощения меры волновых чисел

8.4.1.4 Записать в протокол (приложение А) значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения меры волнового числа МВЧ-001 (3082 ± 10); (3060 ± 10); (2849 ± 10); (1943 ± 10); (1802 ± 10); (1601 ± 10); (1154 ± 10); (1028 ± 10); (841 ± 10); (540 ± 10) см⁻¹.

8.4.1.5 Повторить 4 раза действия пп. с 8.4.1.2 по 8.4.1.4 ещё 4 раза.

8.4.1.6 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в пп. 8.4.1.4 и 8.4.1.5 настоящей методики поверки, рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел $\bar{\nu}_i$, см⁻¹, по формуле (2):

$$\bar{\nu}_i = \frac{\sum_{i=1}^5 \nu_i}{5}, \quad (2)$$

где ν_i – измеренное значение волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения, см⁻¹.

8.4.1.7 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если значения $\bar{\nu}_i$ находятся в спектральном диапазоне по шкале волновых чисел от 3100 до 500 см⁻¹.

8.4.2 Расчёт абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

8.4.2.1 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел для каждой линии, см^{-1} , по формуле (3):

$$\Delta\nu = \bar{\nu}_i - \nu_{oi}, \quad (3)$$

где ν_{oi} – действительные значения линий поглощения спектра, см^{-1} (из свидетельства о поверке на меры волновых чисел).

8.4.2.2 За абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел принимают наибольшее значение $\Delta\nu$, см^{-1} .

8.4.2.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел находится в пределах $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$.

8.4.3 Определение спектрального разрешения

8.4.3.1 Спектрометры проверяются при самом высоком разрешении, измеряя пиковую ширину в открытом образце луча. Находят самый узкий пик линии поглощения волновых чисел на длине волны в однолучевом режиме с максимальным разрешением и измеряют ширину пика на полувысоте.

8.4.3.2 Измеряют спектр сравнения, для этого открыть вкладку «Acquire Data» (Получить данные) – «Measure Background», установить параметры: «Sample scans» 32; «Resolution (см^{-1})» 2. Нажмите «Start» (Пуск).

8.4.3.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральное разрешение не более $2,0 \text{ см}^{-1}$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

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 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.

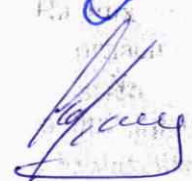
Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»


А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»


А.Н. Шобина

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»


В.А. Кормилицына

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)
к Методике поверки МП 016.Д4-20
«ГСИ. Фурье - спектрометры инфракрасные
модели Nicolet Summit. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201_ года

Средство измерений: Фурье - спектрометры инфракрасные модели Nicolet Summit
(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 016.Д4-20 «ГСИ. Фурье - спектрометры инфракрасные модели Nicolet Summit. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «05» февраля 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	OMNIC Paradigm
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица А.2 - Результаты измерений

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		от 3100 до 500
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		±1,0
Спектральное разрешение, см ⁻¹ , не более		2,0

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

подписи, ФИО, должность