

УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель директора  
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская  
«24» июня 2016г

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 046.Д4-16**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

  
С.Н. Негода  
«24» июня 2016г

Москва  
2016 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR (далее по тексту — спектрометры), предназначены для исследования спектров в ближней инфракрасной (БИК) областях спектра, а также измерение концентрации различных веществ, присутствующих в анализируемом объекте, 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 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
	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения длины волны	8.4.1	Да	Да
6	Определение отношения сигнал/шум	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 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к <u>средству, основные технические характеристики</u>
8.2	Мера волновых чисел BAM 2065 из состава ГЭТ 196-2015

8.4.1	Спектральный диапазон по шкале волновых чисел от 10300 (970) до 5130 (1949) см <sup>-1</sup> (нм) Номинальные значения линий поглощения спектра, см <sup>-1</sup> (нм): 5138,5 (1946,1); 6805,3 (1469,4); 7313,8 (1367,3); 8179,4 (1222,6); 8682,2 (1151,8); 9294,1 (1075,9); 10245,6 (976,0) Пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T=293.15K) $\pm 0.5$ см <sup>-1</sup> .
8.4.3	Государственный стандартный образец состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава ГЭТ 196-2015 Основные метрологические характеристики: спектральный диапазон по шкале волновых чисел: от 11500 (869,6) до 4000 (2500) см <sup>-1</sup> (нм); номинальные значения линий поглощения Спектра, см <sup>-1</sup> (нм): 4048,91 (2469,8); 4878,38 (2049,86); 5375,27 (1860,37); 7087,98 (1410,84); 8671,60 (1153,19); 9834,10 (1016,87); 11313,75 (883,88) пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T=293.15K) $\pm 0.5$ см <sup>-1</sup> .

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 спектрометра с требуемой точностью.

#### 4 Требования безопасности

4.1 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 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.

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 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 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;  
прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

#### б Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С ..... 25±10
- относительная влажность воздуха, %, ..... от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа ..... от 94 до 106
- напряжение питания сети, В ..... 220 t 22
- частота, Гц ..... 50

6.2 В помещении, где проводится испытание, должны отсутствовать посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля, но также должны быть исключены факторы появления пыли, сквозняков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

#### 7 Подготовка к поверке

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

7.1 Подготовку, включение и прогрев спектрометра при поверке производят в соответствии с его 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 документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими внешний осмотр, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

##### 8.2 Опробование

8.2.1 Опробование производится путем снятия спектра меры ВМ 2065 из состава ГЭТ 196-2015.

8.2.2 Запустите программу MicroNIR и войдите в главное окно программы после страницы авторизации. В главном окне программы выберите вход в режим снятия единичных спектров. В открывшемся окне пропишите название проекта, введите имя для спектра, установите следующие параметры прибора: время интегрирования — заводское по умолчанию (12,6 мс), количество накоплений — 2000. Далее снимается спектр темнового тока и спектр базовой линии по пустому кюветному отделению. Мера ВМ 2065 устанавливается в специальную прорезь держателя модуля измерения на пропускание. После этого производится снятие спектра меры ВМ 2065.

8.2.3 Спектрометры считаются прошедшими опробование если полученный спектр соответствует спектру приведенному на рисунке 1.

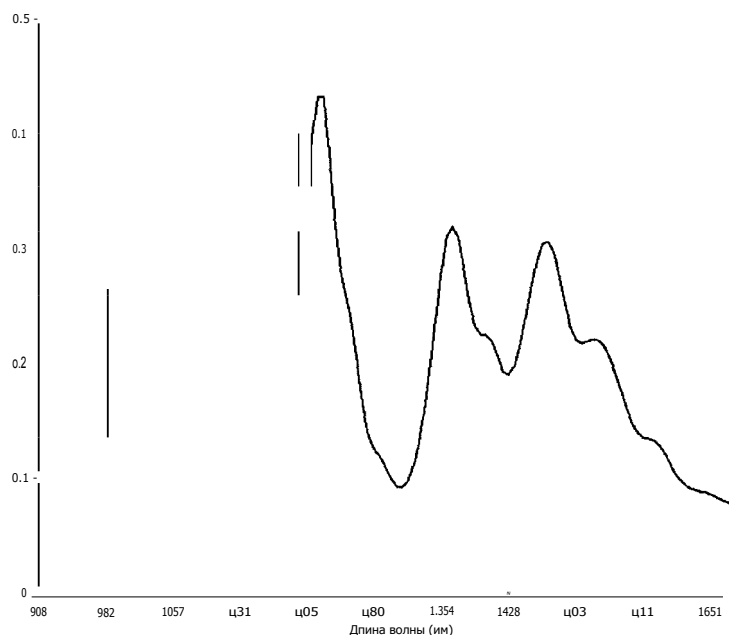


Рисунок 1 — Спектр меры волновых чисел BAM 2065

### 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 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, 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	MicroNIR
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0 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 измерения длины волны

8.4.1.1 Провести установку всех необходимых параметров в программе MicroNir согласно п. 8.2.2.

8.4.1.2 Установить меру BAM 2065 и записать спектр пропускания 5 (пять) раз.

Далее полученный спектр с помощью команды из соответствующего меню программы MicroNIR экспортировать в ASCII (.c\$Y) формат. Полученный файл спектральных данных загружаем в специальную программу-конвертер *viaVi2pe*, входящую в состав программного пакета *1VI1croNIR*, а затем открываем в ПО *BioLight Calс1аог*, также входящего в состав программного пакета *MicroNIR*, для обсчета полученных данных.

Из значений волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел  $\nu$ ; по формуле 1:

$$\nu = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \nu_i \quad (1)$$

где  $\nu_i$  — значения волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания,  $\text{см}^{-1}$ .

8.4.1.3 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел для каждой линии по формуле 2:

$$\Delta \nu = \nu_i - \nu_{\text{теор}} \quad (2)$$

где  $\nu_{\text{теор}}$  — действительные (номинальные) значения линий поглощения спектра из свидетельства о поверке или сертификата калибровки,  $\text{см}^{-1}$

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

8.4.1.5 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если отображаются основные линии спектра поглощения от 976,0 нм до 1469,4 нм, что подтверждает диапазон измерений от 950 до 1650  $\text{см}^{-1}$ , а пределы абсолютной погрешности измерений длины волны находятся в пределах 11 нм.

#### 8.4.2 Определение отношения сигнал/шум

8.4.2.1 Сигнал-шум определяется измерением максимального отклонения от 100 % линии пропускания.

8.4.2.2 Провести установку всех необходимых параметров в программе MicroNir согласно п. 8.2.2 и снять спектрограмму пустого кюветного отделения. Значение сигнал/шум (S/N) определяется по формуле 3:

$$S/N = \frac{1}{T_{\text{max}} - T_{\text{min}}} \quad (3)$$

где  $T_{\text{max}}$  и  $T_{\text{min}}$  — соответственно верхняя и нижняя граница отклонения от линии 100 % пропускания.

Проводится 5 (пять) измерений значения сигнал/шум и высчитывается его среднее значение.

8.4.2.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение соотношения сигнал/шум не менее 20000:1.

#### 8.4.3 Определение спектрального разрешения.

8.4.3.1 Проверку спектрального разрешения проводят по спектрограмме Государственного стандартного образца состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава ГЭТ 196-20155.

8.4.3.2 Установить кювету с хлороформом в отсек для кювет. Провести установку всех необходимых параметров в программе MicroNir согласно п. 8.2.2 и снять спектрограмму.

Далее полученный спектр с помощью команды из соответствующего меню программы MicroNIR экспортировать в ASCII (.csv) формат. Полученный файл спектральных данных загружаем в специальную программу-конвертер viavi2pe, входящую в состав программного пакета MicroNIR, а затем открываем в ПО BioLight Calsploit, также входящего в состав программного пакета MicroNIR, для обсчета полученных данных. Определяется ширина на полувысоте пика 7087,98  $\text{см}^{-1}$  (1410,84 нм).

8.4.3.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если полученное значение, не превышает 20 нм.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 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 спектрометров, и наносят на свидетельство знак поверки 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 спектрометры допускают к эксплуатации.

9.2 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

к Методике поверки «Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR»

ПРОТОКОЛ

первичной/периодической поверки

от «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 201 года

Средство измерений: Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR

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

\_\_\_\_\_ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

зав. N4 \_\_\_\_\_ № / № \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ заводские номера блоков

Принадлежащее \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки «Спектрометры диодноматричные БИК-диапазона MicroNIR. Методика поверки МП 046.Д4-16», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2016 года.

\_\_\_\_\_ Наименование документа на поверку, кем утвержден (ёогласован), 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 25±10
- относительная влажность воздуха, % 20 - 80
- атмосферное давление, кПа 94 - 106

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность