

Государственная система обеспечения единства измерений



УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»
Руководитель ГЦИ СИ
_____ Н.П. Муравская
_____» _____ 2011

**ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЫ
MATRIX-F, MATRIX-F emission, MATRIX-F duplex
ФИРМЫ «Bruker Optik GmbH», Германия.**


**Методика поверки
МП 30.Д4-11**

Разработали:

Начальник сектора отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»

 Е.Р. Лазаренко

Менеджер отдела промышленного
оборудования ООО «Брукер»

 П.С. Терпугова

Настоящая методика распространяется на Фурье-спектрометры MATRIX-F, MATRIX-F emission, MATRIX-F duplex, выпускаемые фирмой «Bruker Optik GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Фурье-спектрометры подлежат поверке в процессе эксплуатации и после ремонта.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Операции поверки проводятся метрологическими службами, аккредитованными в установленном порядке.

1.2 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1	Внешний осмотр	6.1.
2	Опробование Фурье-спектрометра	6.2
3	Проверка спектрального разрешения по парам воды атмосферы	6.3.1
4	Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне $(10300 \div 4000) \text{ см}^{-1}$ (по мере для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065)	6.3.2
5	Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел при значении $7306,74 \text{ см}^{-1}$ (по парам воды атмосферы)	6.3.3

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны применяться средства, указанные в таблице 2.

2.2 Средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

2.3 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Таблица 2

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3.2	Мера для поверки Фурье спектрометров BRM 2065, входящая в состав вторичного эталона ВЭТ 162-1, предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения линии поглощения, $\pm 1 \text{ см}^{-1}$.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (22 ± 3);
- относительная влажность воздуха, не более %, (60 ± 20);
- атмосферное давление, кПа (100 ± 4);
- напряжение питания сети, В (220 ± 22);
- частота, Гц (50 ± 0,5).

3.2 Внешние электрические и магнитные поля должны находиться в пределах, не влияющих на работу спектрометра и средств поверки.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 К проведению поверки допускают лица, изучивших настоящую методику и руководство по эксплуатации Фурье-спектрометра и средств поверки, прошедшие вводный инструктаж и имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений, прошедшие обучение и аттестованные в качестве поверителя.

4.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда ПОТ РМ-016-2001.

4.3 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации. При выполнении поверки должны соблюдаться "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденные Госэнергонадзором 21.12.1984 г.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Проверьте наличие средств поверки по таблице 2, укомплектованность их документацией и необходимыми элементами соединений.

5.2 Установка и подготовка Фурье-спектрометров к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 Проверяют комплектность поверяемого Фурье-спектрометра в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.1.2 Проверяют надежность крепления соединительных элементов.

6.1.3 При внешнем осмотре должны убедиться:

- в отсутствии видимых механических повреждений;
- в исправности кабелей и разъемов
- в наличии заводского номера, товарного знака фирмы изготовителя.
- в наличии защитной пломбы от несанкционированного вмешательства представлено на рисунке 1.

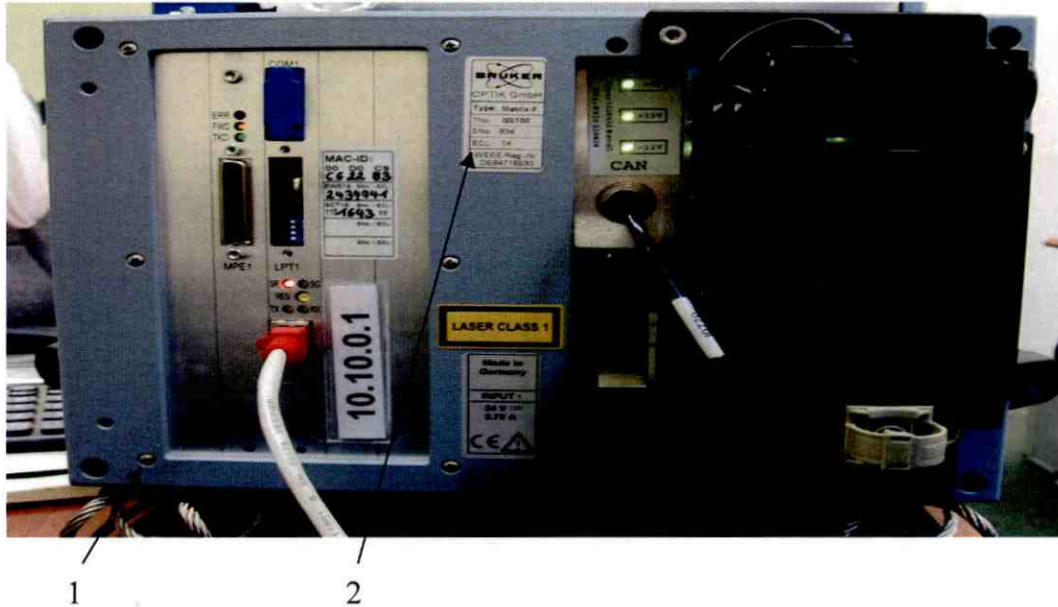


Рисунок 1- Фурье-спектрометр MATRIX-F - вид сзади
1 - место пломбирования; 2- маркировка;

6.2. Опробование

6.2.1. Перед опробованием Фурье-спектрометров необходимо проделать следующие операции:

- включить питание Фурье-спектрометра;
- осуществить прогрев прибора в течение 30 минут;
- записать однолучевой спектр пустого канала в режиме пропускания при следующих параметрах регистрации:

спектральный диапазон в стандартной комплектации – $(4000 \div 12800) \text{ см}^{-1}$;
 спектральный диапазон в расширенной комплектации – $(4000 \div 15500) \text{ см}^{-1}$
 спектральное разрешение – 2 см^{-1} ;
 время сканирования образца – 16 скан.

ИК-Фурье спектрометр считается годным, если на спектре в диапазоне $7304 - 7307 \text{ см}^{-1}$ регистрируются линии поглощения паров воды атмосферы (Приложение Б).

6.2.2 Идентификация ПО

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Программа управления и обработки данных	OPUS™	6.5	D32177E3 (по файлу opus.exe)	CRC32
	OPUS™	7.0	A50EAC07 (по файлу opus.exe)	CRC32

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение спектрального разрешения по парам воды атмосферы

Проверка спектрального разрешения проводится по результатам анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP) – OVP – PQ Test Protocol или по отчету проведенных измерений пустого канала.

Результаты анализа протоколов OPUS Validation Program (OVP) – OVP – PQ Test Protocol или отчет проведенного измерения пустого канала должны быть получены для каждого канала измерения. Количество каналов измерения зависит от заказанной спецификации.

Прохождение PQ теста:

6.3.1.1 В меню “Валидация” выбрать “Запустить OVP тест, как показано на рисунке 2.

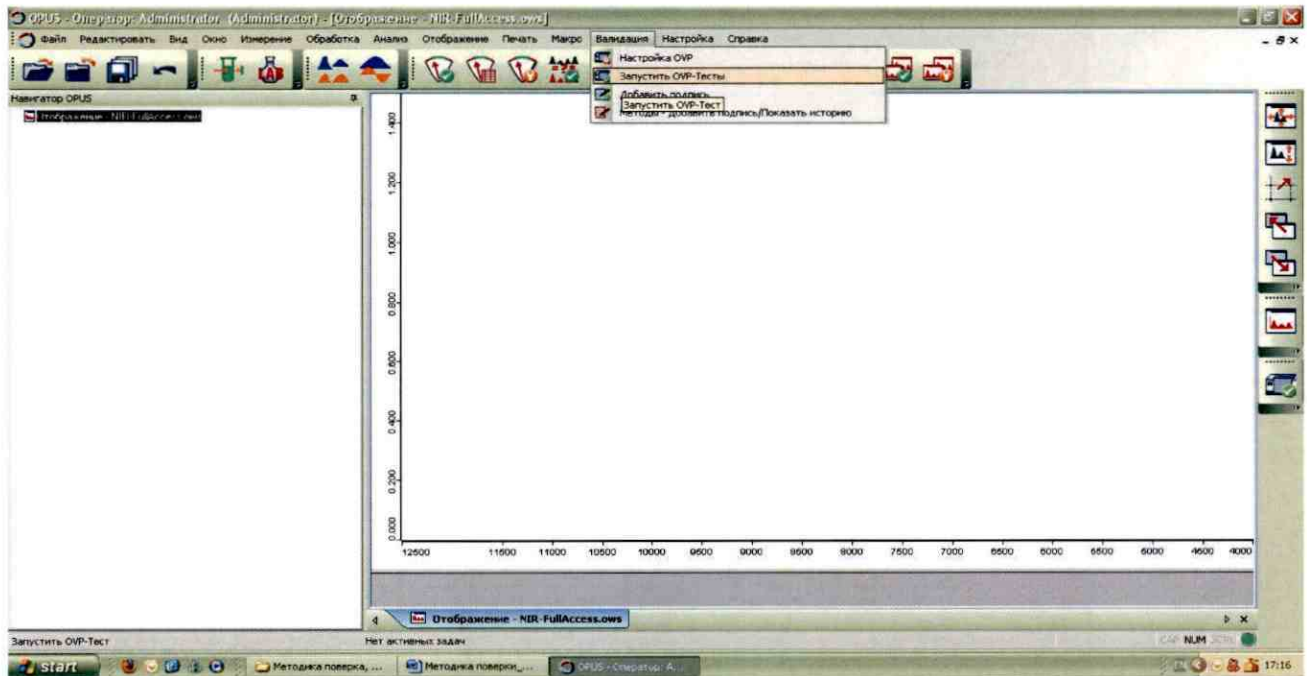


Рисунок 2

6.3.1.2. В открывшемся окне выбрать соответствующий канал и поставить галочку “Запустить PQ-тест” и по желанию, “Автоматически распечатать отчет” или “Автоматически показать отчет”. Далее нажать кнопку “Запустить выбранные тесты”, как показано на рисунке 3.

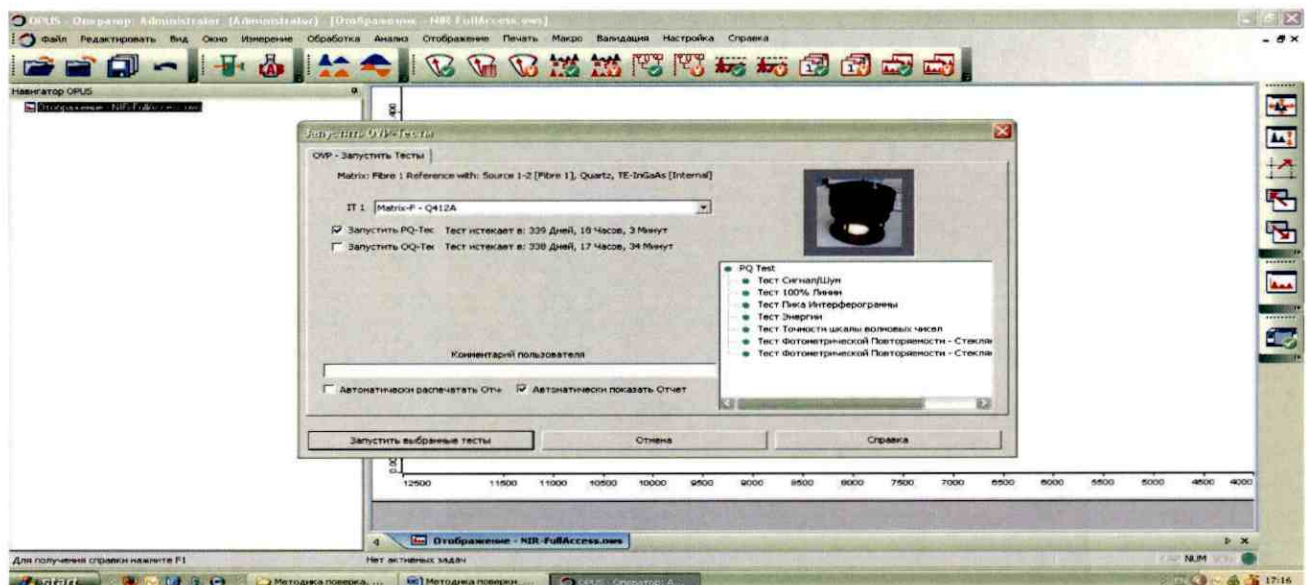


Рисунок 3

6.3.1.3. После прохождения теста, протокол автоматически выводится на экран (или распечатывается на принтере). Файлы протоколов тестов сохраняются в директории C/Program Files/OPUS_65/Validation/Reports, как показано на рисунке 4.

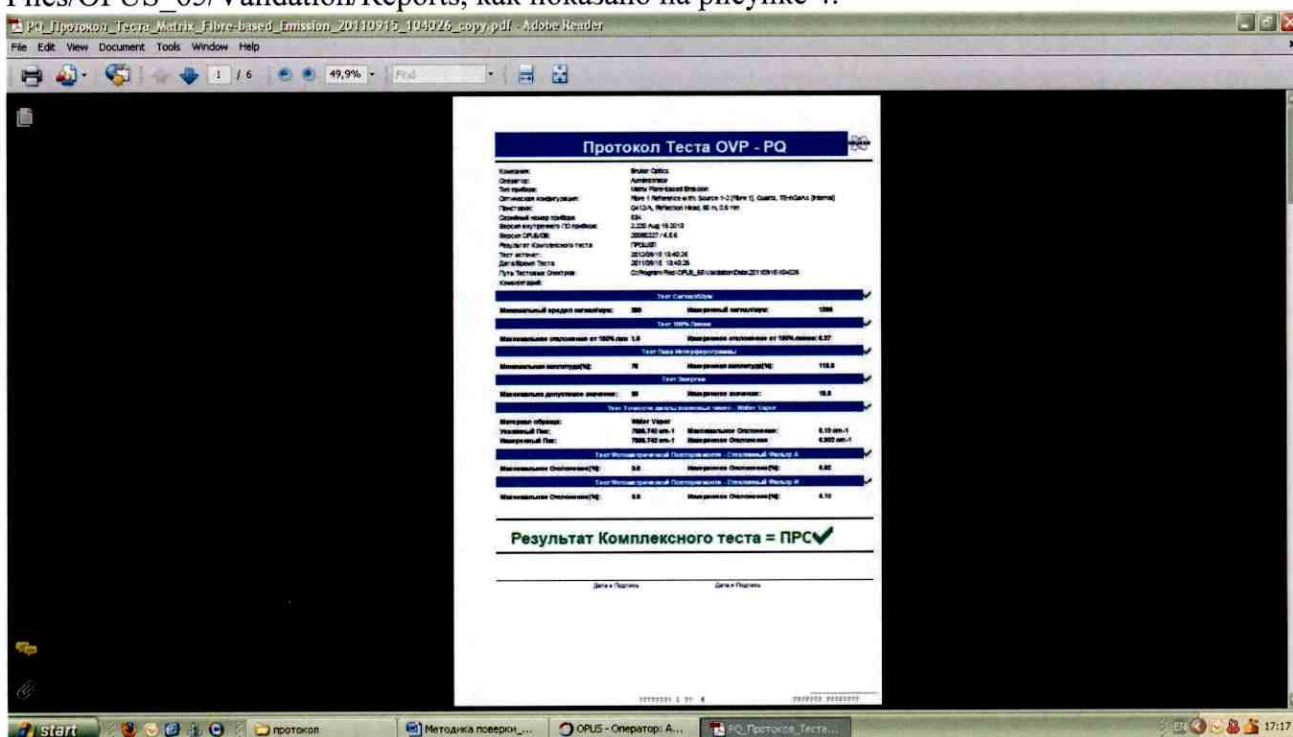


Рисунок 4

В случае успешного прохождения теста PQ переходите к OQ тесту.

Прохождение OQ теста:

6.3.1.4. В меню “Валидация” выберите “Запустить OVP тест”, как показано на рисунке 5.

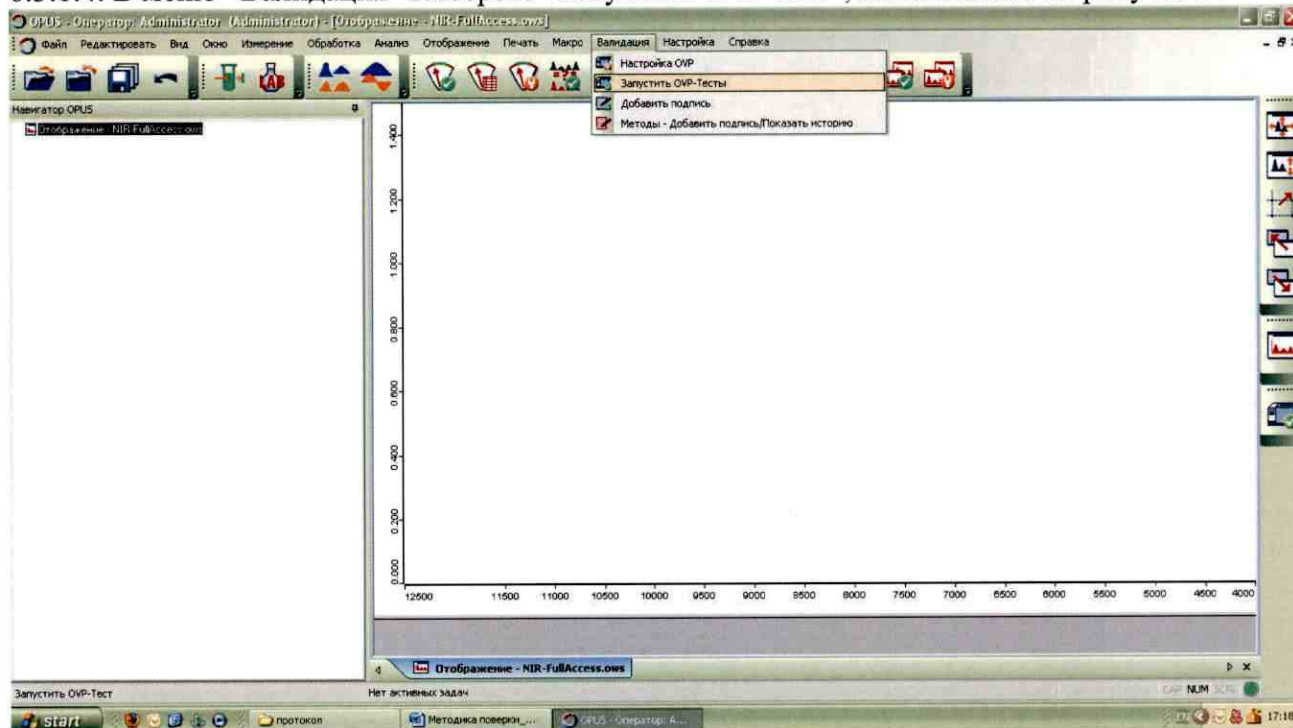


Рисунок 5

6.3.1.5 В открывшемся окне поставить галочку “Запустить OQ-Тест” и нажать кнопку “Запустить выбранные тесты”, как показано на рисунке 6.

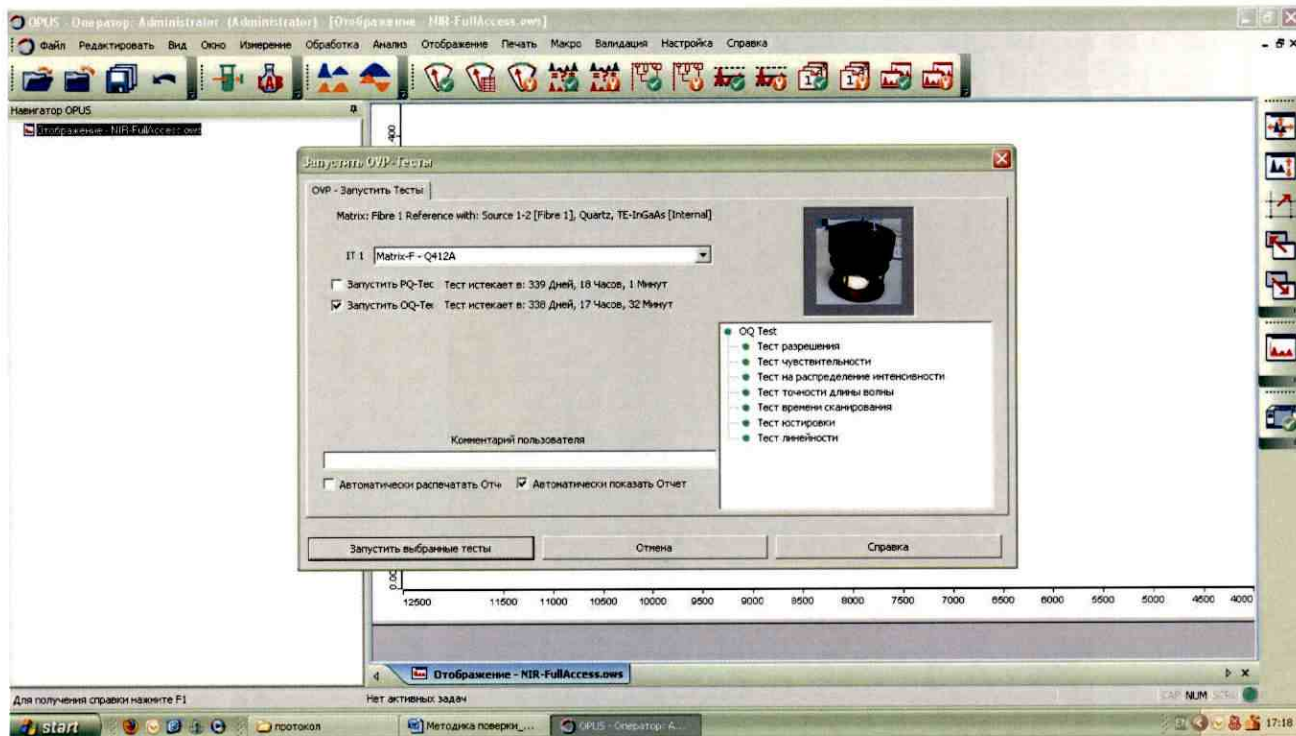


Рисунок 6

6.3.1.6 По окончании теста протокол автоматически выводится на экран. Файлы протоколов тестов сохраняются в директории C/Program Files/OPUS_65/Validation/Reports, как показано на рисунке 7.

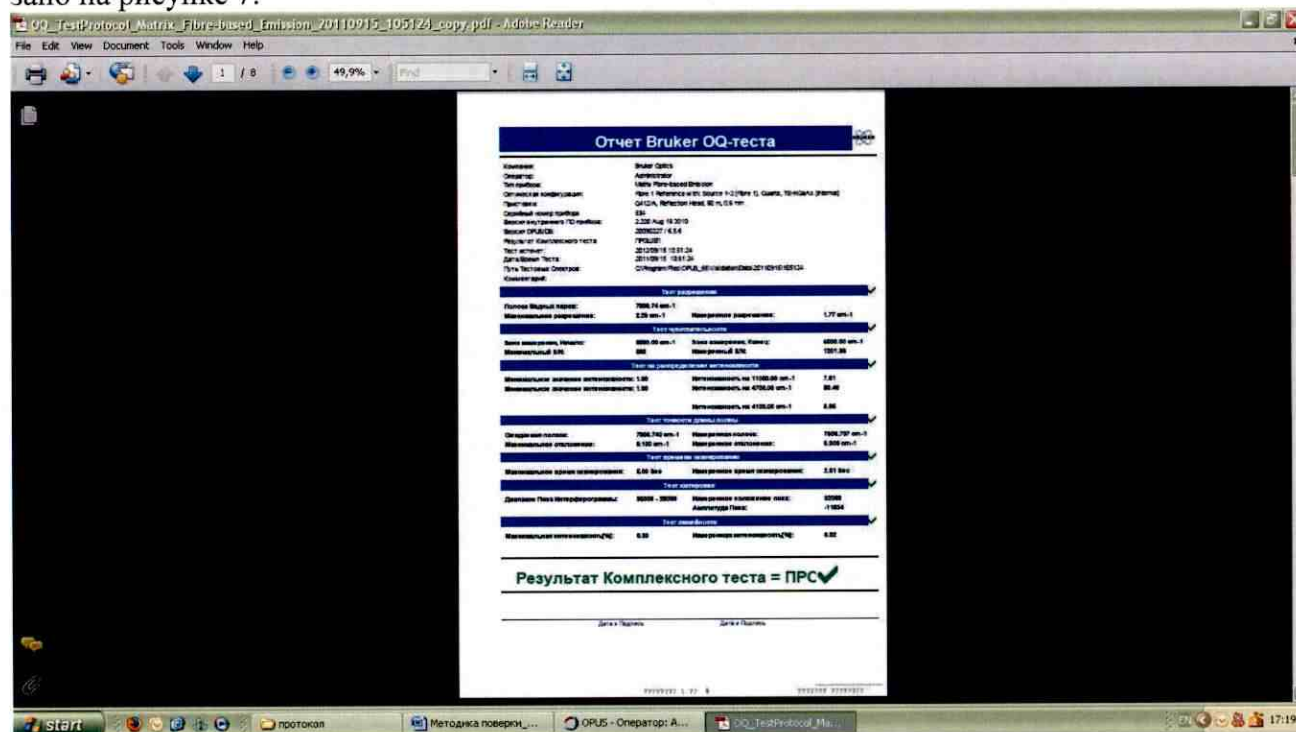


Рисунок 7

Измерение проводится по парам воды атмосферы. Определяется ширина пика на половине высоты линии поглощения воды $7306,74 \text{ см}^{-1}$.

Спектрометр считается выдержавшим поверку, если измеренное значение спектрального разрешения не более 2 см^{-1} .

6.3.2 Определение спектрального диапазона и абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне (10300 ÷ 4000) см⁻¹ и при значении 7306,74 см⁻¹

6.3.2.1 Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне (10300 ÷ 4000) см⁻¹ (по мере для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065).

Определение спектрального диапазона производится при помощи коллиматора (Приложение Г) и меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065 (спектр поглощения представлен в Приложении В).

Процедура определения спектрального разрешения должна быть получена для каждого канала измерения. Количество каналов измерения зависит от заказанной спецификации.

Для проведения измерений необходимо:

6.3.2.1.1 Нажмите кнопку “Дополнительный сбор данных”, как показано на рисунке 8.

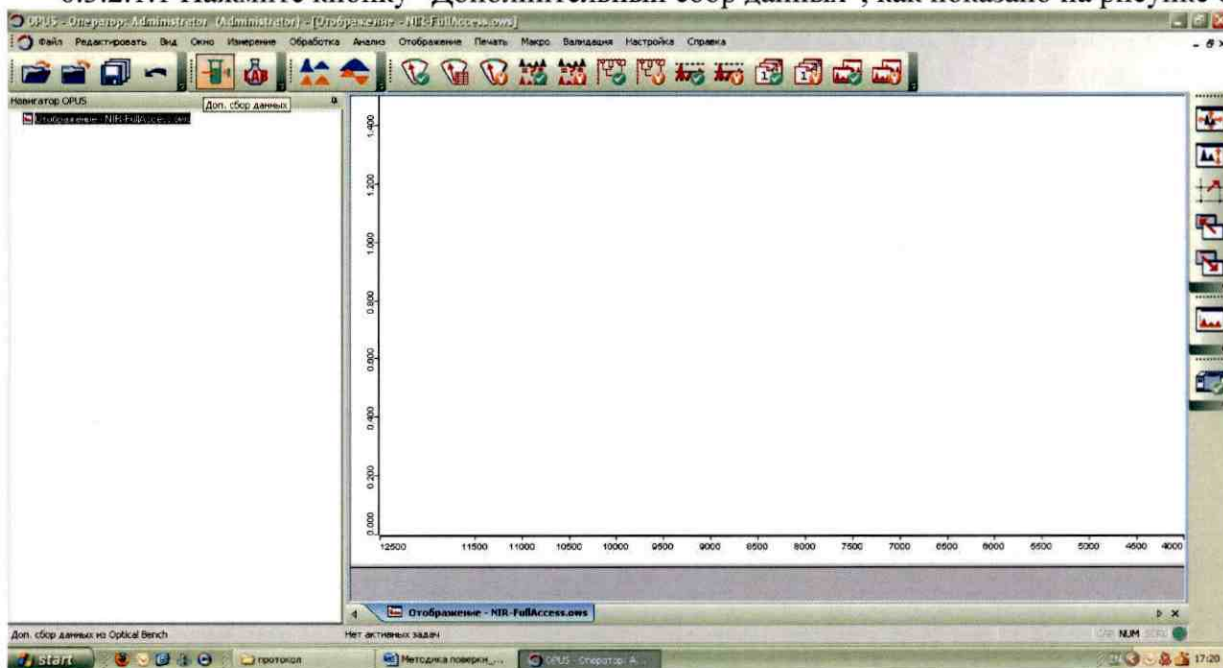


Рисунок 8

6.3.2.1.2 В открывшемся окне “Измерение” нажмите кнопку “загрузить”, как показано на рисунке 9.

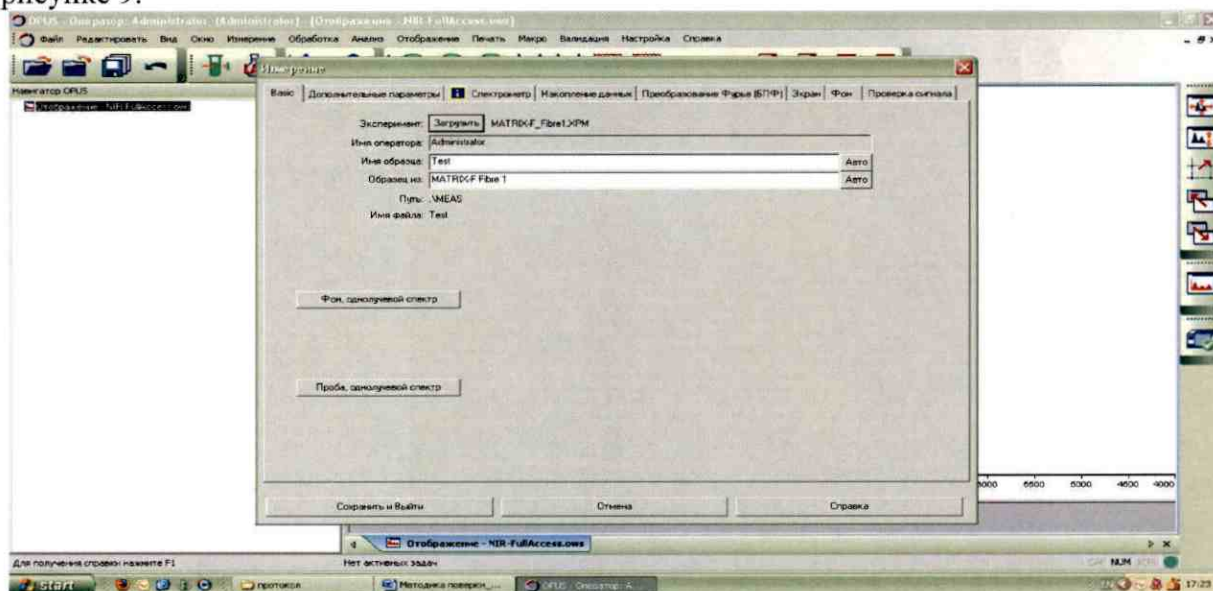


Рисунок 9

6.3.2.1.3 Выберите файл эксперимента “MATRIX-F_Fibre1.XPM”. Нажмите кнопку открыть, как показано на рисунке 10.

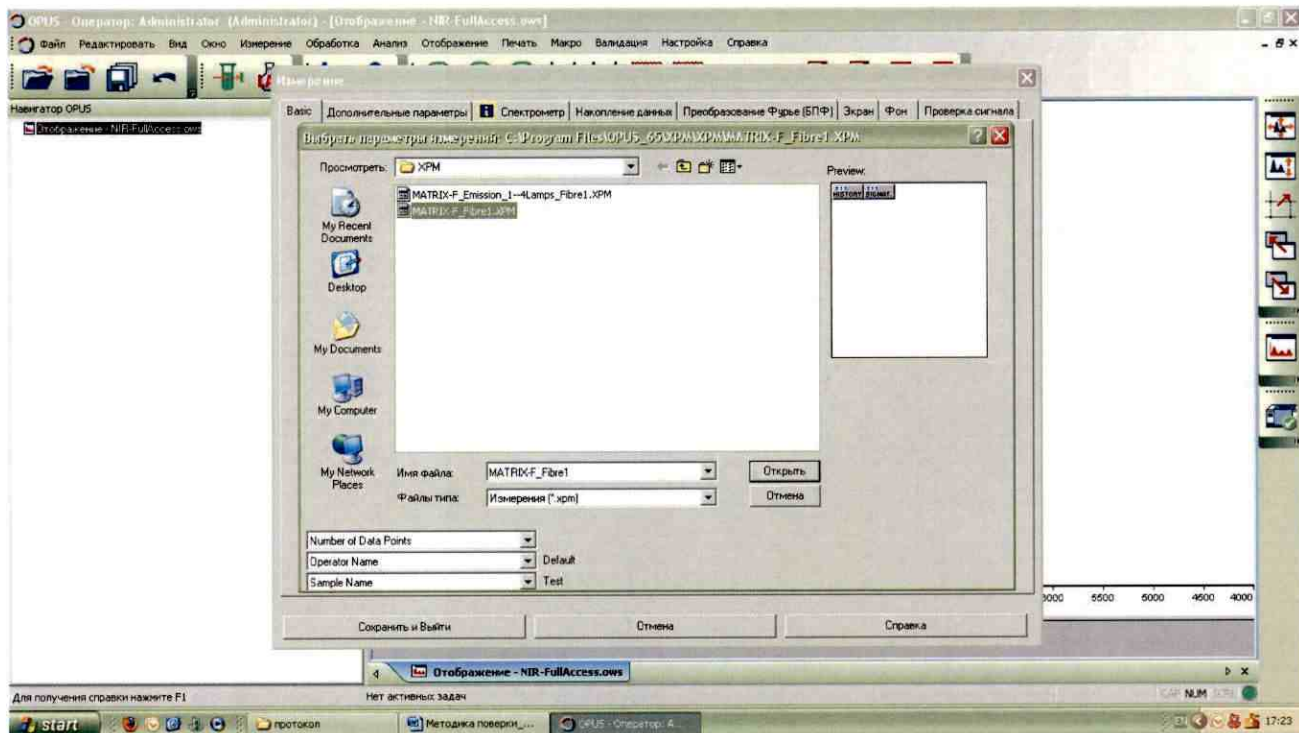


Рисунок 10

6.3.2.1.4 В закладке “Дополнительные параметры” установите разрешение 2 см^{-1} и время сканирования образца 64 скана. Также здесь в строке “Путь” можно установить директорию, в которую сохранится Ваш спектр, как показано на рисунке 11.

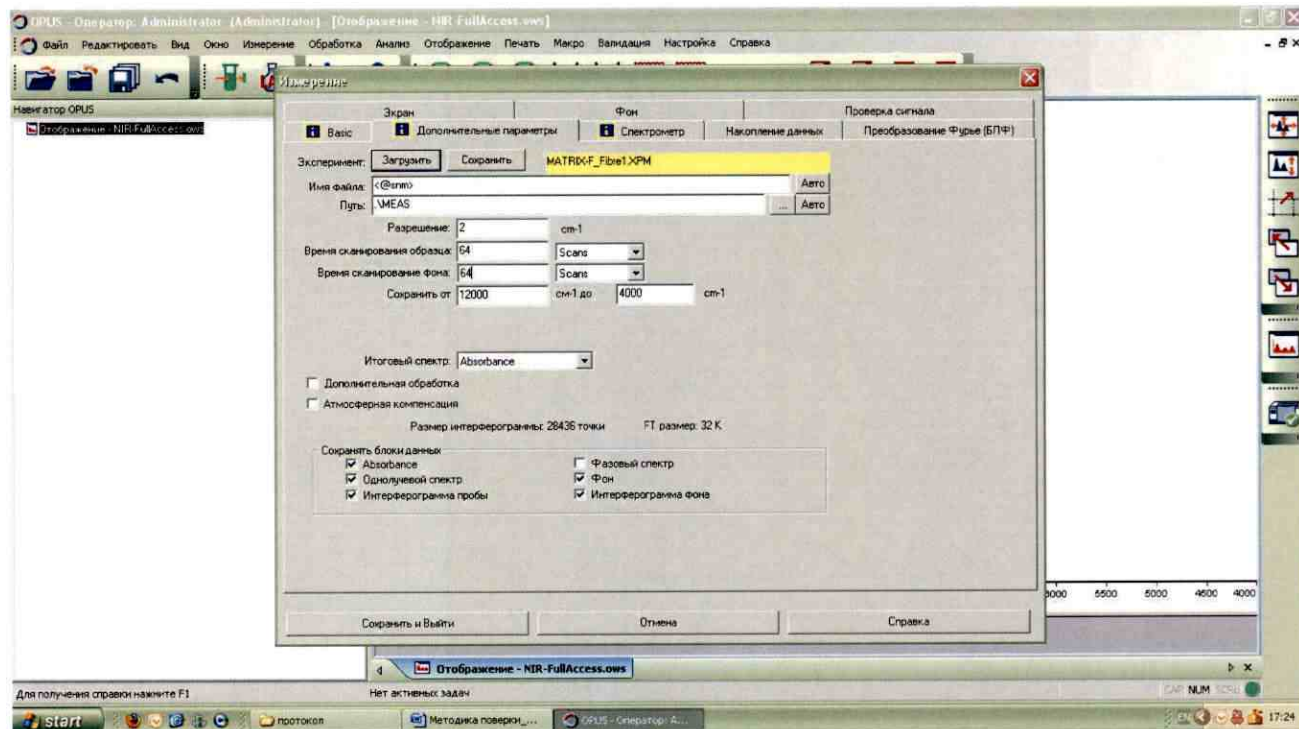


Рисунок 11

6.3.2.1.5 В закладке “Спектрометр” в строке “Канал измерения” выберите соответствующий канал, как показано на рисунке 12

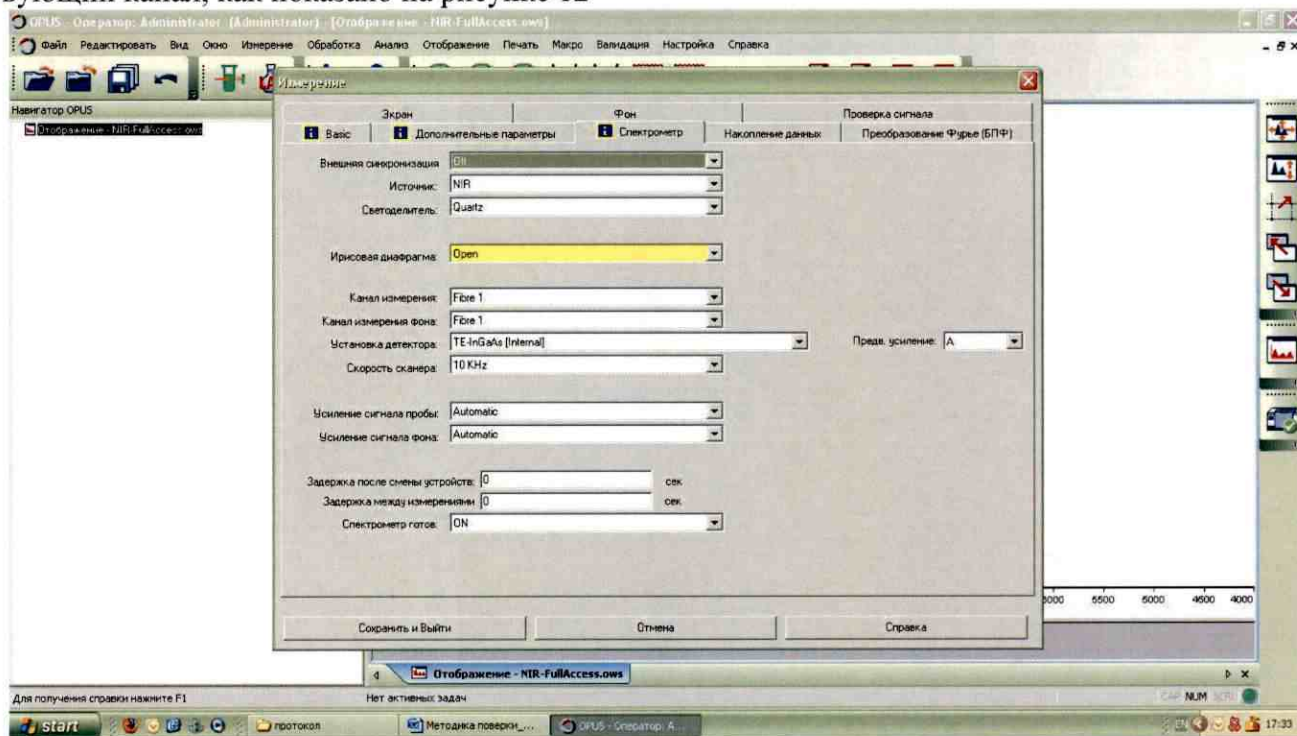


Рисунок 12

6.3.2.1.6 В закладке “Basic” введите имя образца в строке “Имя образца” и нажмите кнопку “Фон, однолучевой спектр”, как показано на рисунке 13.

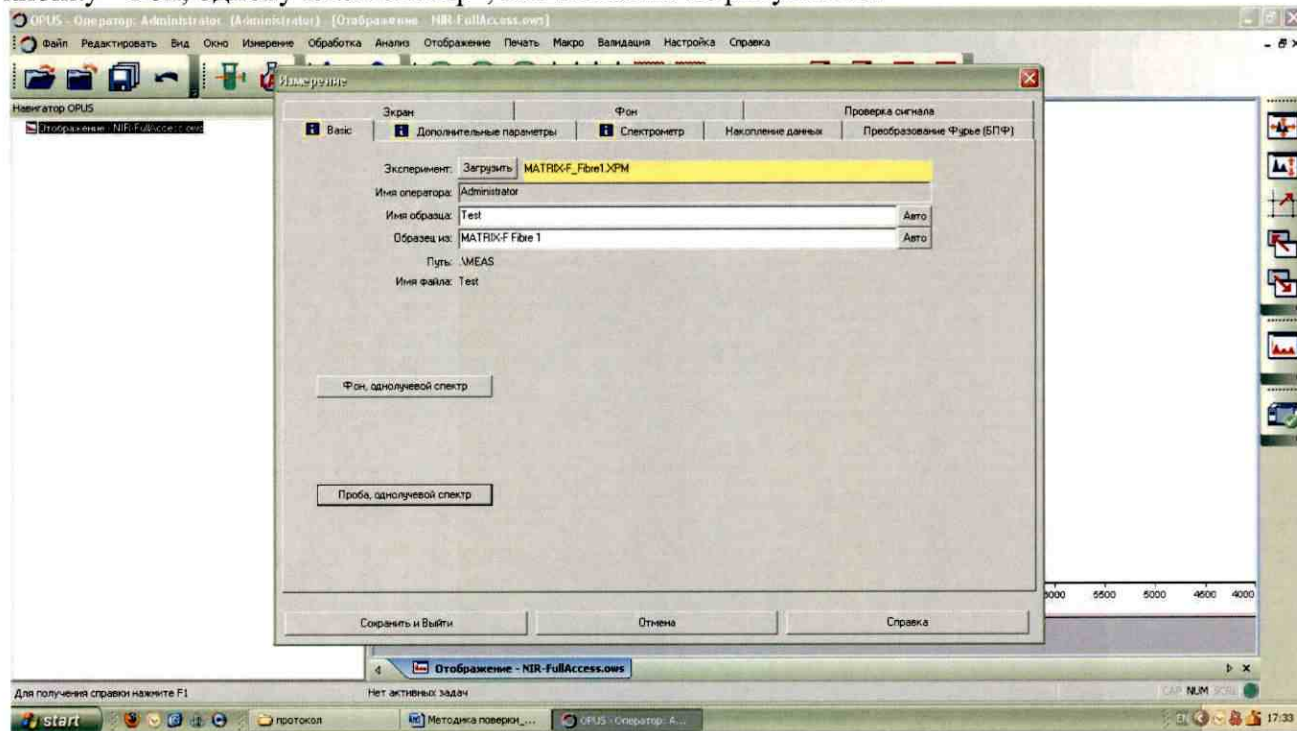


Рисунок 13

6.3.2.1.7 После регистрации фона, нажмите кнопку “Проба, однолучевой спектр”, как показано на рисунке 14.

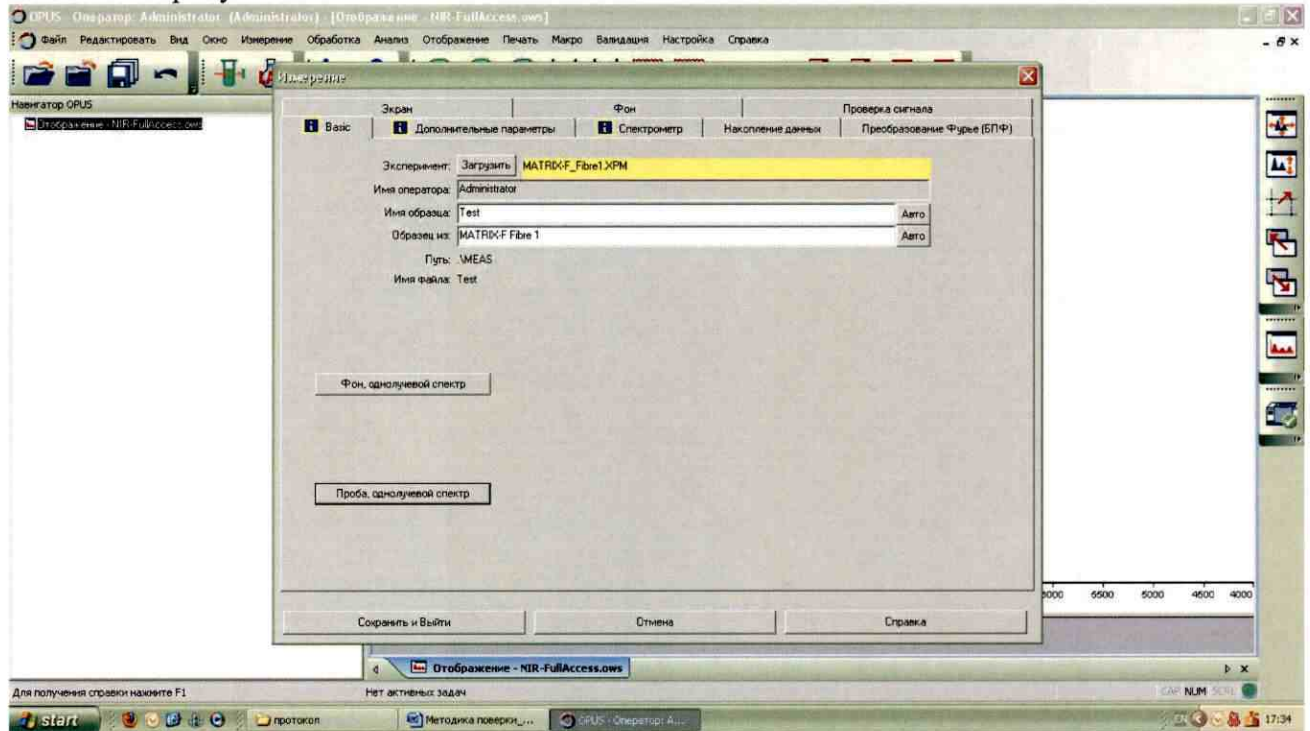


Рисунок 14

6.3.2.1.8 По окончании измерения спектр автоматически выводится на экран, как показано на рисунке 15.

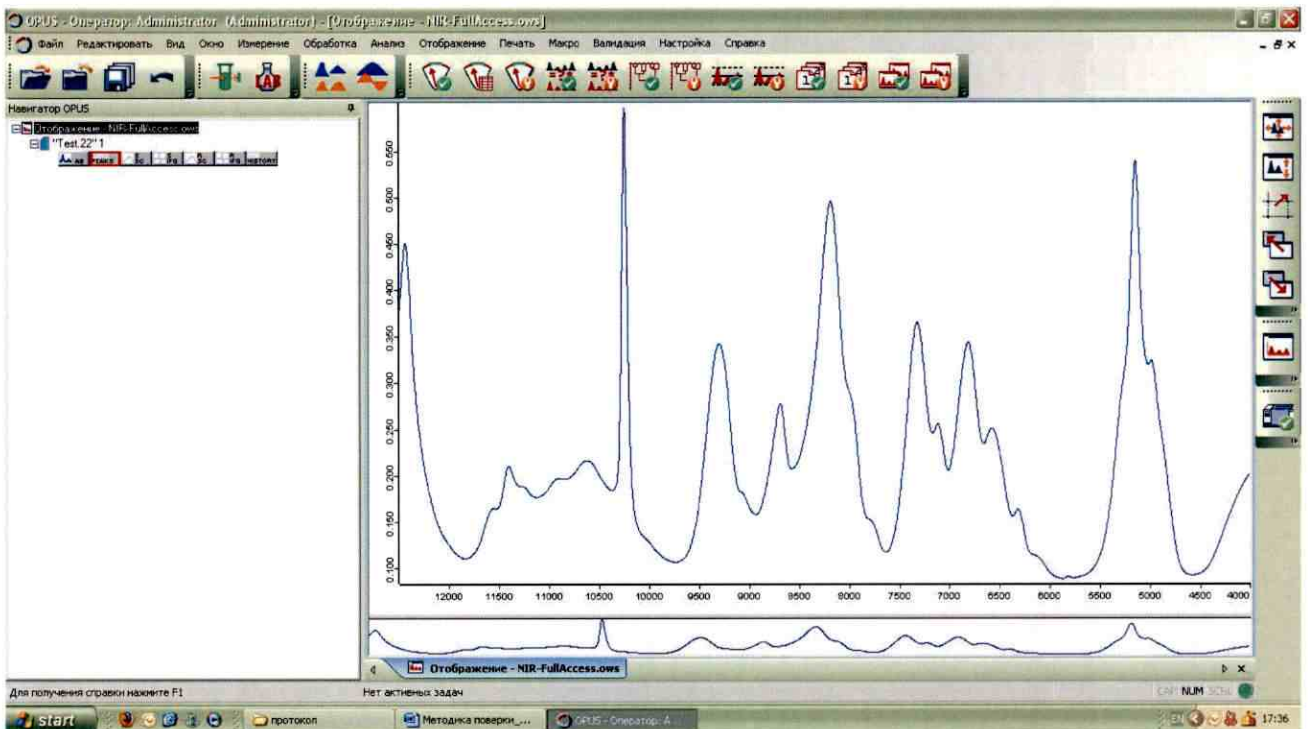


Рисунок 15

6.3.2.1.9 Для определения и вывода на экран соответствующие пикам длины волн, в меню «Анализ» выбрать «Выборка пиков», как показано на рисунке 16.

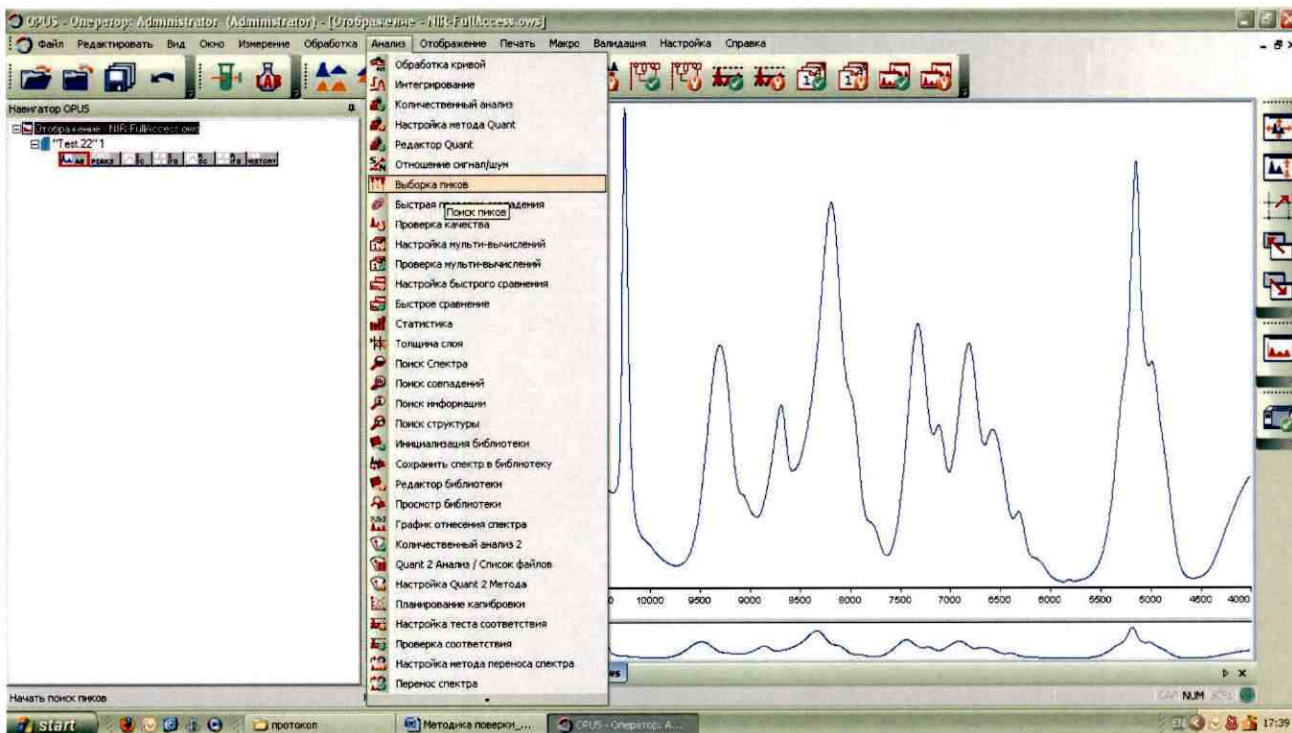


Рисунок 16

6.3.2.2.0 Во вкладке «Режим» выбрать «Направление пиков» - «Автоматически», «Метод поиска пиков» – «Стандартный», «Таблица пиков – Заменить». Нажать «Поиск пиков», как показано на рисунке 17.

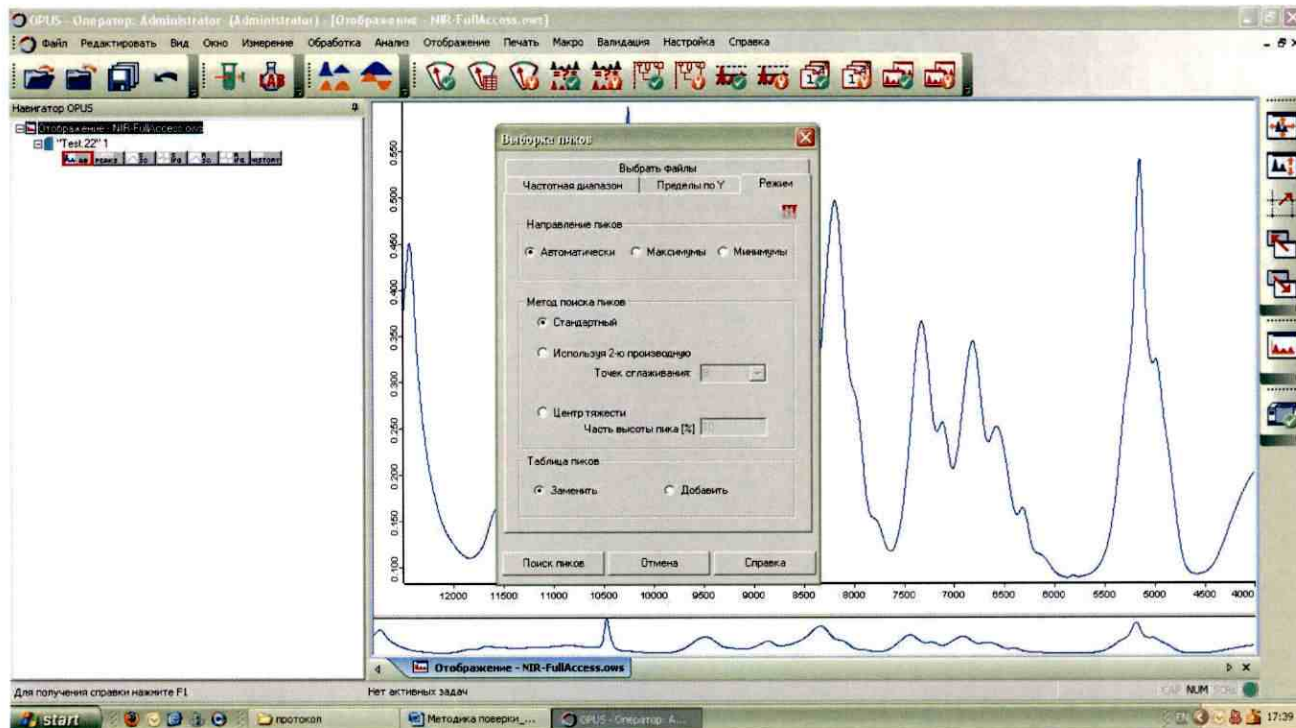


Рисунок 17

6.3.2.2.1 На экране появится список пиков, как показано на рисунке 18.

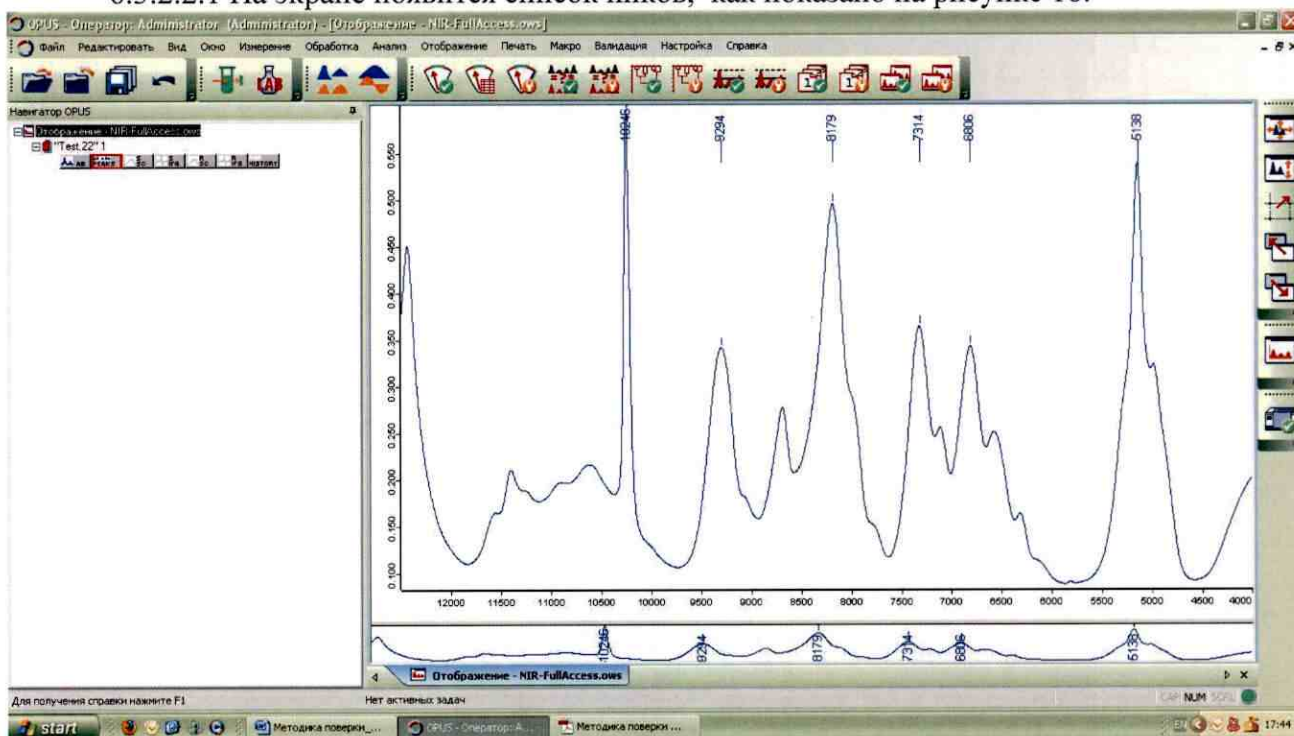


Рисунок 18

6.3.2.2.2 Для сравнения с табличными значениями, в окне «Навигатор OPUS» выберите «PEAKS» и правой кнопкой мыши выберите «Показать список пиков», как показано на рисунке 19.

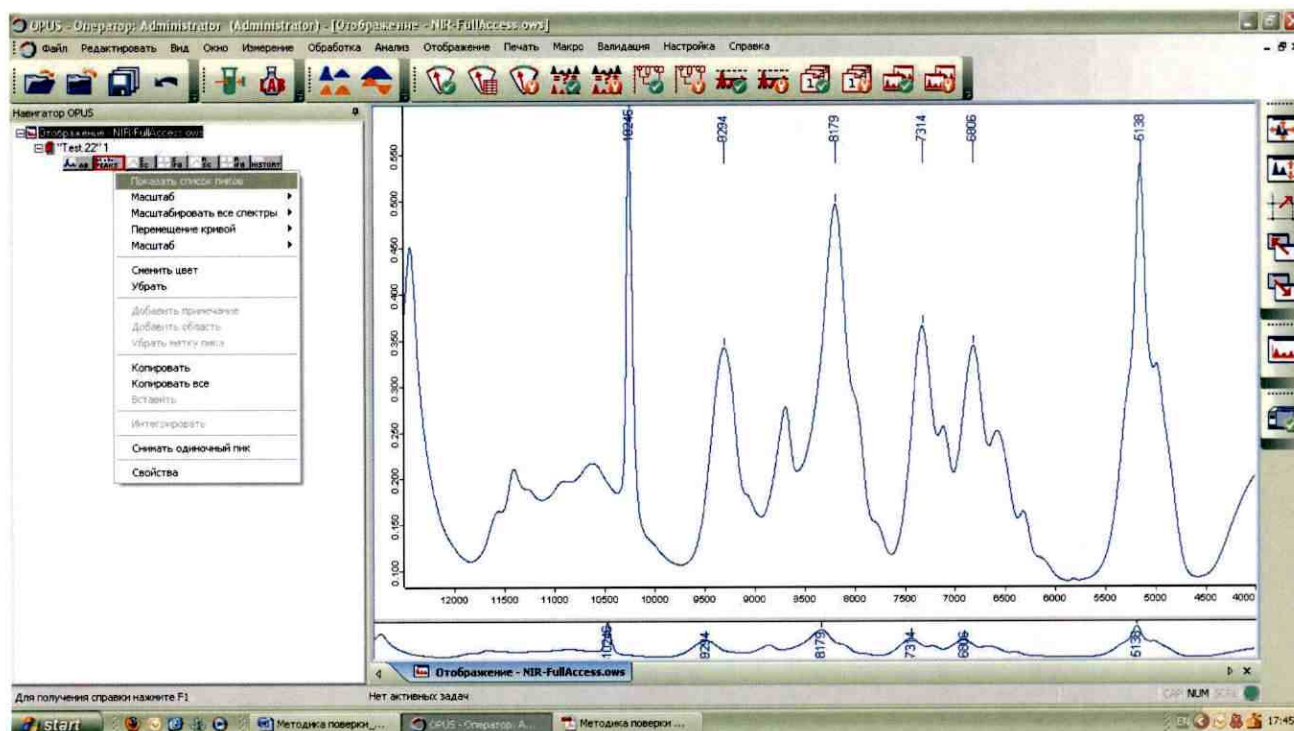


Рисунок 19

6.3.2.2.3 На экране появится таблица пиков. Сравните значения со значениями в сертификате, как показано на рисунке 20.

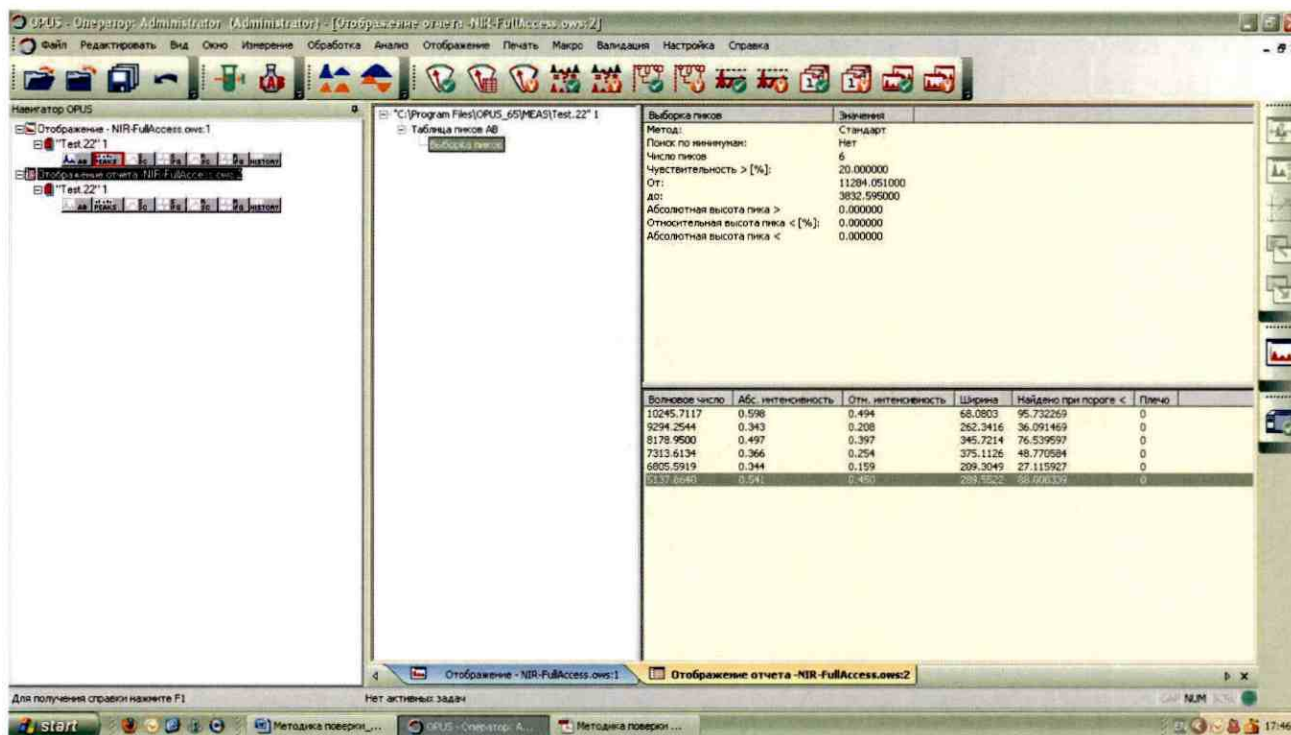


Рисунок 20

Рассчитывают среднее арифметическое значение результата трех измерений линий поглощения на каждом канале. Расчет производят по формуле:

$$X_{\text{изм}} = \frac{\sum_{i=1}^3 X_i}{3} \quad (1)$$

где, X_i – длина волны линии поглощения, см^{-1}

Рассчитать абсолютную погрешность измерений по шкале волновых чисел, по формуле:

$$\Delta = X_{\text{изм}} - X_{\text{д}} \quad (2)$$

где, $X_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение результата трех измерений длины волны линии поглощения на каждом канале, см^{-1}

$X_{\text{д}}$ – значение длины волны линии поглощения, взятое из паспорта (свидетельства о поверке) меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065

- Повторить расчет для каждой длины волны линии поглощения меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065, в соответствии с линиями, указанными в паспорте.
- Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку, если полученный спектр поглощения соответствует спектру поглощения меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065.
- Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку, если рассчитанная абсолютная погрешность измерения длины волны линии поглощения не превышает $\pm 1,2 \text{ см}^{-1}$ на всех каналах измерения.

6.3.2.2 *Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел при значении $7306,74 \text{ см}^{-1}$ (по парам воды в атмосфере)*

Измерения проводят по парам воды атмосферы, спектры поглощения представлены в Приложении Б

- Перед началом измерений устанавливают следующие настройки прибора:

- спектральный диапазон в

стандартной комплектации: $(12800 \div 4000) \text{ см}^{-1}$ ($0,780 \div 2,500$) мкм

расширенной комплектации $(15500 \div 4000) \text{ см}^{-1}$ ($0,645 \div 2,500$) мкм

спектральное разрешение 2 см^{-1} .

- число сканов 32

- Записывают три однолучевых спектра пустого канала в режиме пропускания.

Процедура повторяется для каждого канала измерения.

- Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов трех измерений длины волны поглощения паров воды атмосферы, по формуле 1 для каждого канала измерения.

- Рассчитывают абсолютную погрешность по формуле 2. За действительное значение принимается длина волны поглощения паров воды атмосферы равная $7306,74 \text{ см}^{-1}$

- Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку, если рассчитанная абсолютная погрешность измерения длины волны линии поглощения паров воды атмосферы, не превышает $\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении 1). В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности Фурье-спектрометра с указанием причин непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Протокол №
Первичной/периодической поверки
от « ____ » _____ 20__ года.

Наименование средства измерения: _____

Заводской номер: _____

Изготовитель: _____

Поверено в соответствии с методикой поверки:

Используемое контрольно-измерительное оборудование: _____

Поверка производилась при следующих значениях влияющих факторов: температура окружающей среды ____°С, относительная влажность _____%, атмосферное давление _____ мм рт.ст

Результаты поверки:

Наименование параметра	Пункт МП	Пределы допускаемого значения	Измеренное значение	Расчетное значение погрешности	Вывод
Проверка спектрального разрешения по парам воды атмосферы	6.3.1	не более 2 см ⁻¹			
Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел в диапазоне (10300÷4000) см ⁻¹ (по мере для поверки Фурье-спектрометров BRM 2065)	6.3.2.1	Не более ±1,2 см ⁻¹			
Определение абсолютной погрешности измерения по шкале волновых чисел при значении 7306,74 см ⁻¹ (по парам воды атмосферы)	6.3.2.2	Не более ±0,1 см ⁻¹			

Заключение: _____

Дата « ____ » _____ 20__ г.

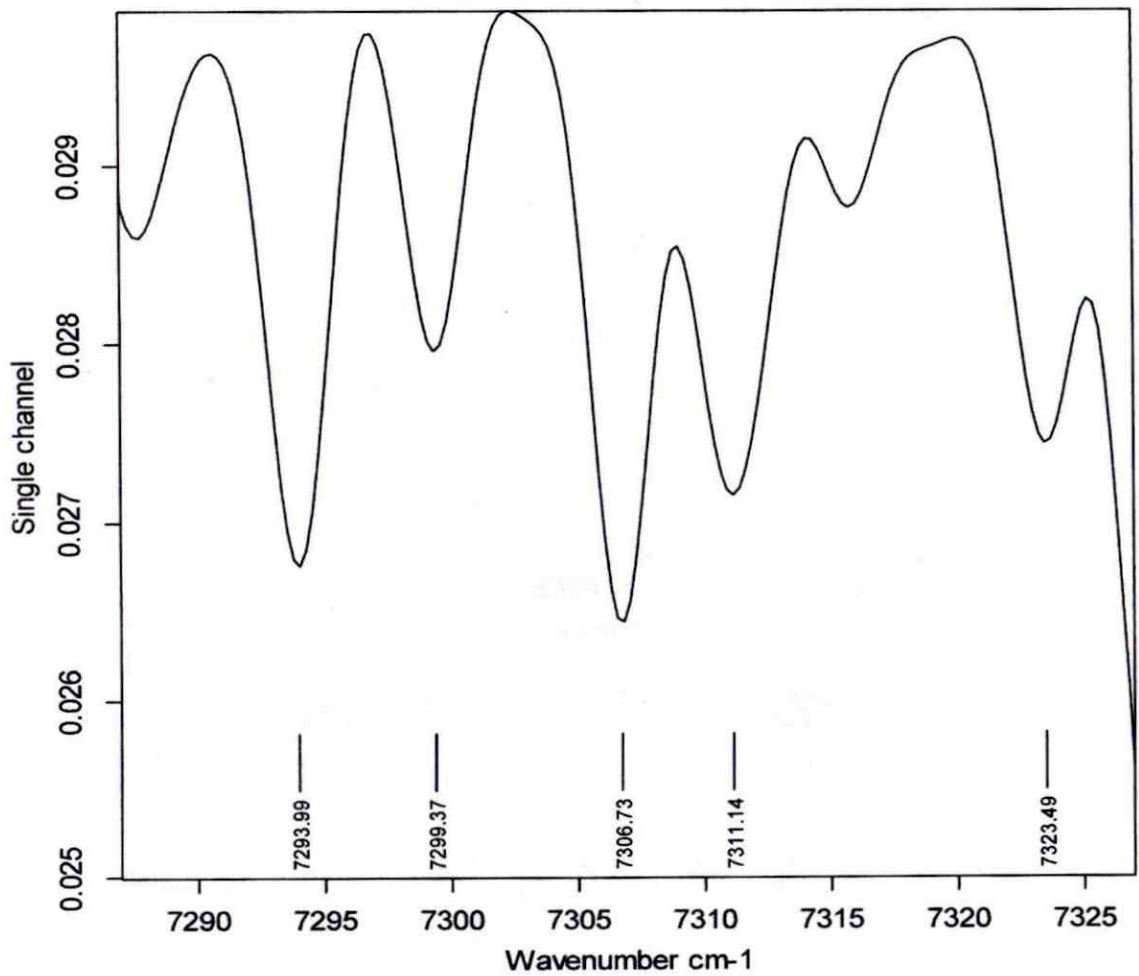
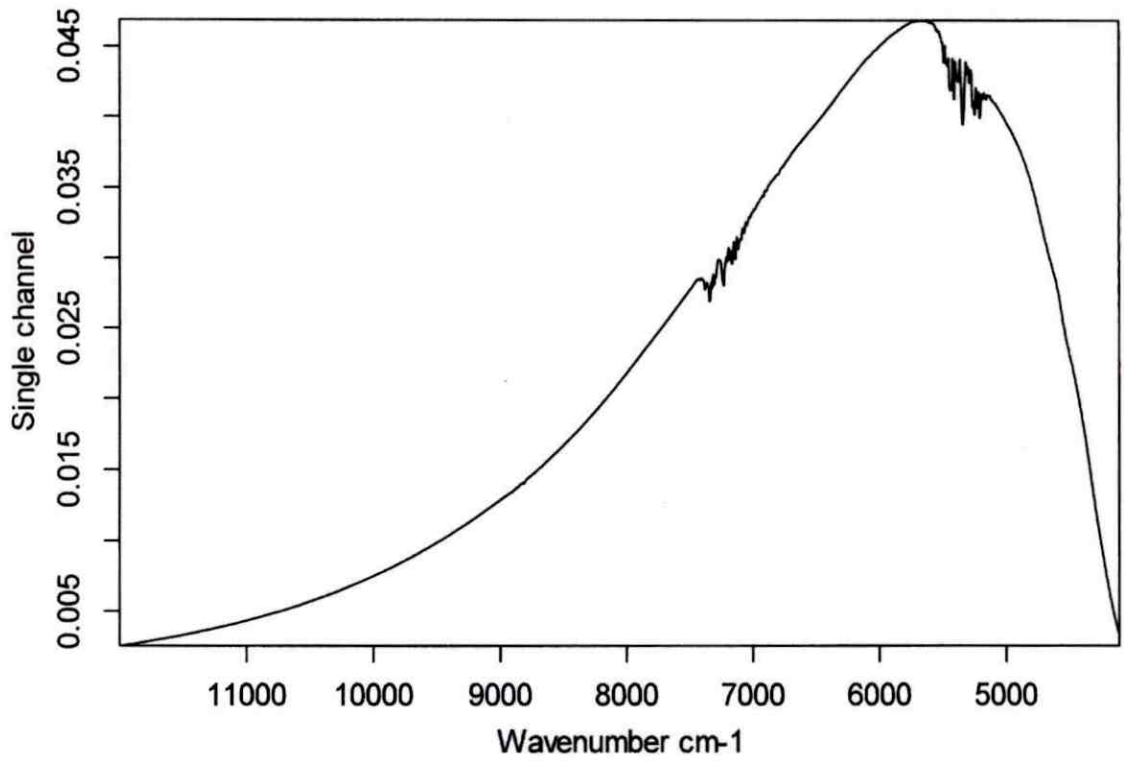
Поверитель: _____ / _____ /

ФИО

ПОДПИСЬ

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Однолучевой спектр пустого канала



ПРИЛОЖЕНИЕ В

Спектр поглощения меры для поверки Фурье спектрометров BRM 2065

