

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Фурье-спектрометры ФТ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 113-251-2018

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зам. зав. лаб. 251 Мигаль П.В.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА	5
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	5
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	5
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Фурье-спектрометры ФТ Методика поверки	МП 113-251-2018
--	-----------------

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры ФТ (далее – спектрометры), выпускаемые Обществом с ограниченной ответственностью Научно-производственная фирма «СИМЕКС», Россия. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – два года.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ Р 8.763-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. 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 Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»;

- Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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 Оценка условий проведения поверки	9.1	да	да
2 Внешний осмотр	9.2	да	да
3 Опробование	9.3	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.4	да	да
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений волновых чисел по мере волнового числа	9.4.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения измерений волновых чисел по парам воды в атмосфере на волновом числе $1554,35 \text{ см}^{-1}$	9.4.2	да	да
3.3 Проверка спектрального диапазона	9.4.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверки, проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, спектрометр бракуется и выполняются операции по п. 10.3.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют эталон единицы длины волны (волнового числа) 1-й части 2 разряда по ГОСТ Р 8.763-2011 в диапазоне значений от 3200 до 18600 нм (от 3100 до 537 см⁻¹) (мера волнового числа МВЧ-001), пределы допускаемой погрешности ±0,5 см⁻¹.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

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

4.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования к квалификации персонала

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, имеющие опыт работы со спектрометрами, изучившие РЭ на спектрометр и настоящую методику поверки.

5.2 Представитель заказчика поверки, выполняющий измерение на спектрометре (оператор), должен обладать навыками работы с компьютером и спектрометром.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.


7 Условия поверки и подготовки к ней

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % не более 80

7.2 Спектрометр устанавливается вдали от источников вибраций.

8 Подготовка к поверке


Перед проведением поверки спектрометр необходимо подготовить к работе в соответствии с РЭ, запустить программное обеспечение (ПО) спектрометра, вызвать окно настроек командой «Настройки» (кнопка ) и на закладке «Прочее» внести в поле «Пики PS» действительные значения волновых чисел линий поглощения полистирола¹, взятые из документации на эталон (п. 4.1). Список линий вводится как последовательность чисел через запятую, без пробела. Десятичные разряды, если указаны, отделяются точкой, например: «3082, 3059.86, 2850.1, 1942.79, 1802.58, 1601.11, 1154.31, 1028.48, 841.69, 540.91».

9 Проведение поверки

Проведение поверки производится с использованием функции ПО «Поверка спектрометра», включающего в себя последовательность операций поверки, указанных в таблице 1, и

¹ Не рекомендуется включать в список пики широкие или несимметричной формы, предположительно состоящие из нескольких полос поглощения, например пик в районе 1370 см⁻¹, т.к. это может привести к ложноотрицательным результатам поверки.

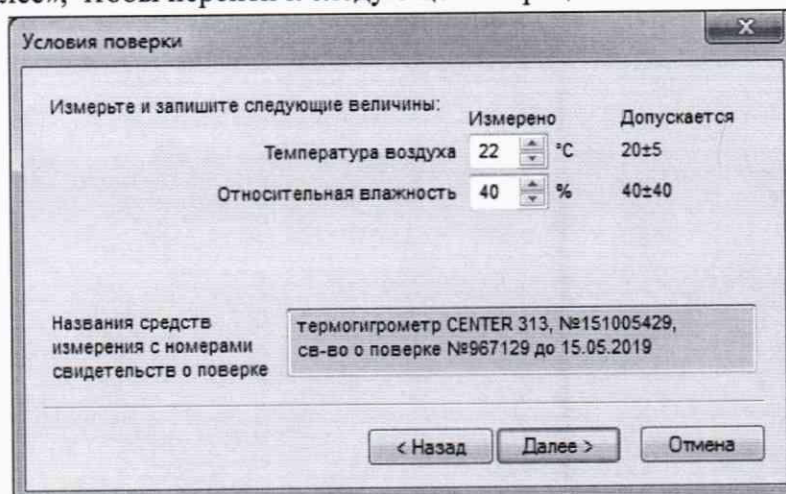
предоставлением протокола поверки, автоматически формируемого по форме, указанной в Приложении А.

В главном окне ПО в меню «Съемка» выбирают команду «Поверка спектрометра» (кнопка ). Появляется окно вида «мастер» с кнопками «Далее» и «Назад», позволяющими переходить между операциями поверки. На каждой операции ПО спектрометра проводит обработку данных и выводит результаты в соответствующие поля автоматически. Допускается повторять все или некоторые вычисления вручную согласно приводимым ниже формулам (1) – (4), получая исходные данные о положении пиков поглощения через интерфейс ПО согласно РЭ. При проведении поверки допускается выполнение отдельных этапов алгоритма пользователем спектрометра или представителем производителя.

Для проведения поверки допускается направить меру волнового числа заказчику поверки для выполнения операций по п. 9.4.1, при этом поверитель может контролировать процедуру поверки через клиент-серверное программное обеспечение по типу удаленного рабочего стола или через системы видеосвязи в режиме реального времени. Для оформления результатов поверки поверитель может запросить сведения о поверке средств измерений, применяемых для поверки и обязан проверить правильность внесения сведений в ПО спектрометра при выполнении алгоритма поверки, которые отражаются в протоколе.

9.1 Оценка условий проведения поверки

Оценку условий проведения поверки в соответствии с п. 7.1 проводят с помощью средств измерений по п. 4.2. Измеренные значения условий и сведения о применяемых средствах измерений заносят в появившееся окно «Условия поверки», как показано на рисунке 1, и нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.



Измерьте и запишите следующие величины:	Измерено	Допускается
Температура воздуха	22 °C	20±5
Относительная влажность	40 %	40±40

Названия средств измерения с номерами свидетельств о поверке

термогигрометр CENTER 313, №151005429, св-во о поверке №967129 до 15.05.2019

< Назад Далее > Отмена

Рисунок 1 – Окно «Условия поверки»

9.2 Внешний осмотр

При внешнем осмотре необходимо установить отсутствие видимых повреждений корпуса и внешних разъемов спектрометра.

Результаты внешнего осмотра отмечают в окне «Внешний осмотр», как показано на рисунке 2, нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.

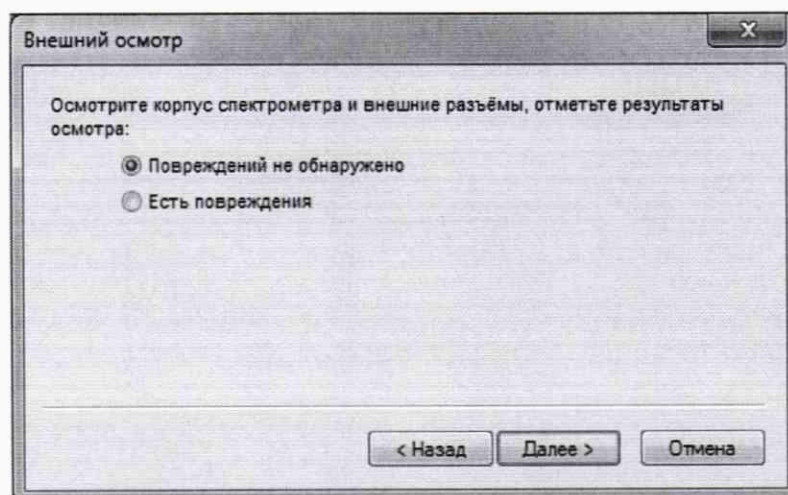


Рисунок 2 – Окно «Внешний осмотр»

9.3 Опробование

9.3.1 Опробование происходит в автоматическом режиме, а идентификационные данные ПО спектрометра вносятся в протокол. Наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ZaIR 3.5
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 877
Цифровой идентификатор ПО	-

9.4 Проверка метрологических характеристик

9.4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений волновых чисел по мере волнового числа

Проверку абсолютной погрешности измерений волновых чисел (положения пиков по шкале волновых чисел) проводят с помощью эталона по п. 4.1.

В окне «Положение пиков в спектре полистирола» заносят сведения о применяемых эталонах и выполняют заданный порядок действий, как показано на рисунке 3: регистрируют опорный спектр при пустом кюветном отделении, затем устанавливают меру волнового числа из состава эталона единицы длины волны (волнового числа) в кюветное отделение, регистрируют спектр, нажав кнопку «Регистрация спектра пленки». По окончании регистрации спектра пленки меру волнового числа удаляют из кюветного отсека.

Для полученного спектра программным обеспечением измеряются волновые числа полученных пиков и автоматически выводятся в поля «Измеренные положения пиков полистирола» и сравниваются с действительными значениями волновых чисел по п. 8.

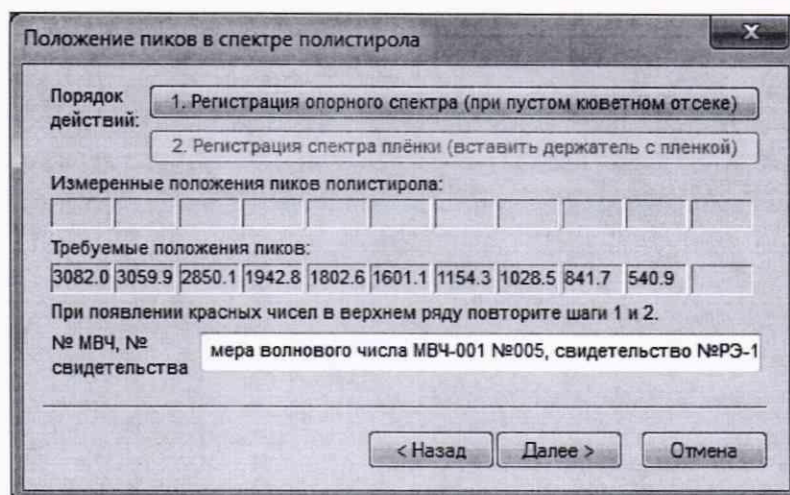


Рисунок 3 – Окно «Положение пиков в спектре полистирола»

Абсолютная погрешность измерений волнового числа i -го пика рассчитывается по формуле

$$\Delta v_i = v_i - v_{эти}, \quad (1)$$

где v_i - измеренное значение волнового числа i -го пика меры волнового числа, см^{-1} ;
 $v_{эти}$ - действительное значение волнового числа i -го пика меры волнового числа, см^{-1} .

Полученные значения абсолютной погрешности измерений волнового числа должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, см^{-1}	от 470 до 5700
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волновых чисел, см^{-1} :	
- по парам воды в атмосфере на волновом числе $1554,35 \text{ см}^{-1}$	$\pm 0,05$
- по мере волнового числа	$\pm 1,0$
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения измерений положения пика паров воды в атмосфере на волновом числе $1554,35 \text{ см}^{-1}$, см^{-1}	0,02

В случае, если какое-либо из полученных значений абсолютной погрешности измерений волновых чисел не удовлетворяет требованиям таблицы 3, в окне «Положение пиков в спектре полистирола» значение данного волнового числа будет показано красным цветом. Превышение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений волнового числа может возникнуть в случае, если спектрометр не вышел на рабочий режим, эталонная пленка загрязнена, замята или неправильно установлена в кюветное отделение. В этом случае следует устранить возможные причины и повторить регистрацию опорного спектра и спектра меры волнового числа.

Нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.

9.4.2 Проверка абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения (СКО) измерений волновых чисел по парам воды в атмосфере на волновом числе $1554,35 \text{ см}^{-1}$

Проверку абсолютной погрешности и СКО измерений положения пиков по шкале волновых чисел проводят по парам воды в атмосфере на волновом числе $1554,35 \text{ см}^{-1}$.

Проводят регистрацию спектра пустого кюветного отделения, нажимая кнопку «Начать измерение» в окне «Положение пиков воды», как показано на рисунке 4.

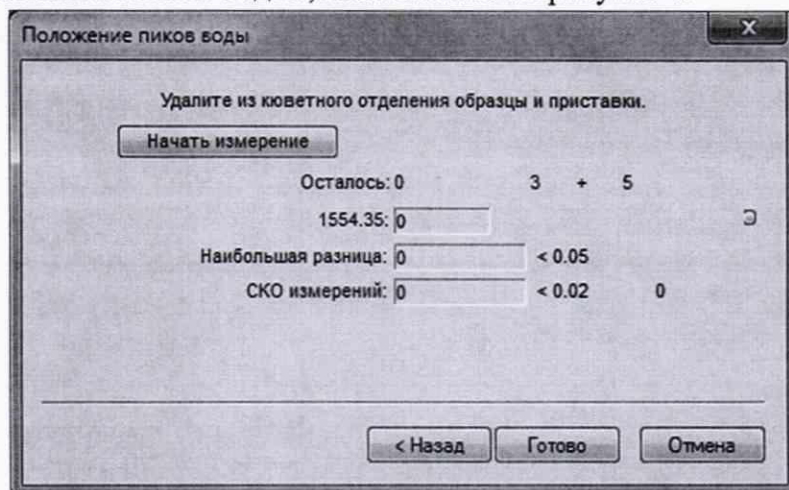


Рисунок 4 – Окно «Положение пиков воды»

Абсолютная погрешность ($\Delta\nu$) и СКО измерений положения пиков по шкале волновых чисел (S_ν) рассчитываются по формулам:

$$\Delta\nu = \bar{\nu} - \nu_{эм}, \quad (2)$$

$$S_\nu = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\nu_i - \bar{\nu})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где $\nu_{эм}$ - справочное значение волнового числа для паров воды в атмосфере, см^{-1} , $\nu_{эм} = 1554,35 \text{ см}^{-1}$.

$\bar{\nu}$ - среднее значение результатов измерений волнового числа для паров воды в атмосфере, см^{-1} , которое рассчитывается по формуле

$$\bar{\nu} = \frac{\sum_{i=1}^n \nu_i}{n}, \quad (4)$$

где n – количество измерений спектров паров воды в атмосфере.

Полученные значения абсолютной погрешности и СКО измерений положения пиков по шкале волновых чисел по парам воды в атмосфере на волновом числе $1554,35 \text{ см}^{-1}$ должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

В случае, если абсолютная погрешность и СКО измерений положения пиков по шкале волновых чисел не удовлетворяют требованиям таблицы 3, их значения в окне «Положение и ширина пиков воды» обозначаются красным цветом. В этом случае следует устранить возможные причины и повторно выполнить регистрацию спектров.

Нажимают кнопку «Готово», при этом формируется и открывается протокол поверки. Форма-пример протокола поверки представлена в Приложении А.

9.4.3 Проверка спектрального диапазона

Проверку спектрального диапазона проводят одновременно с определением абсолютной погрешности и СКО измерений положения пиков на шкале волновых чисел по пп. 9.4.1-9.4.2 настоящей методики поверки.

За спектральный диапазон спектрометра принимают диапазон, указанный в таблице 3, если полученные по формулам (1) – (3) значения удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 3.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Протокол проведения поверки формируется автоматически в ходе проведения поверки по форме Приложения А настоящей методики поверки и представляет собой не редактируемый файл в формате «pdf».

10.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

10.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 с указанием причин. Спектрометр к применению не допускают.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»


_____ **Мигаль П.В**

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
ФОРМА-ПРИМЕР ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от ____ . ____ .20__ г.

Средство измерений: Фурье-спектрометр ФТ-801, зав № 360

Документ на поверку: МП 113-251-2018 «ГСИ. Фурье-спектрометры ФТ. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

- термогигрометр электронный CENTER 313, №151005429, св-во о поверке №967129 до 15.05.2019 г.;

- мера волнового числа МВЧ-001, №005, св-во о поверке №РЭ-1956/18-О до 22.11.2019 г.

Условия проведения поверки	Требуется	Измерено	Соответствие
Температура воздуха, °С	20±5	24	да
Относительная влажность воздуха, %	<80	51	да

Результаты внешнего осмотра: соответствует требованиям МП 113-251-2018.

Результаты опробования:

Идентификационные данные (признаки)	Проверено	Требуется	Соответствие
Идентификационное наименование ПО	ZaIR 3.5	ZaIR 3.5	да
Номер версии (идентификационный номер) ПО	877	не ниже 877	да

Результаты выполнения поверки:

Проверка абсолютной погрешности измерений волновых чисел по мере волнового числа
($v_{эт}$ - действительное значение волнового числа, $см^{-1}$; v - измеренное значение волнового числа, $см^{-1}$;
 Δv - погрешность измерения волнового числа, $см^{-1}$; Δv_{max} - пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волнового числа, $см^{-1}$):

$v_{эт}$	3082,14	3060,03	2850,04	1942,9	1802,48	1601,16	1154,01	1028,47	841,83	540,76
v	3081,60	3059,80	2850,40	1943,20	1802,90	1601,20	1154,50	1028,30	841,80	540,80
Δv	-0,54	-0,23	0,36	0,30	0,42	0,04	0,49	-0,17	-0,03	0,04
Δv_{max}	±1,0									
Соотв.	да	да	да	да	да	да	да	да	да	да

Проверка абсолютной погрешности и среднего квадратического отклонения измерений волновых чисел по парам воды в атмосфере на волновом числе 1554,35 $см^{-1}$

($v_{эт}$ - справочное значение волнового числа, $см^{-1}$; \bar{v} - среднее значение результатов измерений волнового числа, $см^{-1}$; Δv - погрешность измерения волнового числа, $см^{-1}$; Δv_{max} - пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений волнового числа, $см^{-1}$; S - среднее квадратическое отклонение измерений волнового числа, $см^{-1}$; S_{max} - предел допускаемого среднего квадратического отклонения измерений волнового числа, $см^{-1}$):

$v_{эт}$	\bar{v}	Δv	Δv_{max}	S	S_{max}	Соответствие
1554,35	1554,36	0,01	±0,05	0,000005	0,02	да

Проверка спектрального диапазона

Наименование характеристики	Полученные значения	Соответствие
Спектральный диапазон, $см^{-1}$	от 470 до 5700	да

Результат проведения поверки:

Годен / Не годе

(нужное подчеркнуть)

Выдано

Свидетельство о поверке / Извещение о непригодности

(нужное подчеркнуть)

от « ____ » _____ 20__ г., № _____

Поверитель

(Ф.И.О.)

(подпись)

Организация, проводившая поверку _____