

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»

/И.С. Филимонов

«19» августа 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRTracer-100 и IRAffinity-1S

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 18.Д4-14**

с Изменением № 2

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

/В.Н. Крутиков

«19» августа 2019 г.

Руководитель Службы качества
ФГУП «ВНИИОФИ»

/Н.П. Муравская

«19» августа 2019 г.

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

/С.Н. Негода

«19» августа 2019 г.

Москва
2019 г.

1 Введение

Настоящая методика распространяется на Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRTracer-100 и IRAffinity-1S (далее по тексту – спектрофотометры), предназначенные для измерения оптических спектров пропускания, поглощения, диффузного и зеркального отражения, нарушенного полного внутреннего отражения в инфракрасном (ИК) диапазоне; определения концентрации различных органических и неорганических веществ в твердом, жидком и газообразном состояниях и устанавливает порядок метода и средства проведения первичной и периодической поверки.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

(п. 1 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность выполнения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел (стандартный, для среднего ИК-диапазона, для ближнего ИК-диапазона)* и расчёт абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел	8.4.1	Да	Да
6	Определение отношения сигнал/шум	8.4.2	Да	Да
7	Определение спектрального разрешения	8.4.3	Да	Да
* - допускается проведение поверки по одному из перечисленных спектральных диапазонов по шкале волновых чисел в соответствии с заявлением владельца поверяемого спектрофотометра				
** - п.8.4.1 интервалы сканирования устанавливаются в зависимости от требований заказчика.				

(п. 2.1, таблица 1 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

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

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

(п.2.3 введен в действие 19.08.2019 в редакции с извещением об изменении № 2)

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	<p>1 Мера волнового числа МВЧ-001 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 67321 - 17) Основные метрологические характеристики: 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.</p> <p>2 Мера волновых чисел BRM 2065 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 61340 - 15) Основные метрологические характеристики: спектральный диапазон: от 12000 до 4000 см⁻¹; номинальные значения характеристических полос поглощения (при T=25 °C), см⁻¹: 5138,5 ± 10; 6805,3 ± 10; 7313,8 ± 10; 8179,4 ± 10; 9294,1 ± 10; 10245,6 ± 10; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения полос поглощения ± 0,5 см⁻¹.</p>

(п. 3.1, таблица 2 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

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 спектрофотометра с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. 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. При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в руководстве по эксплуатации спектрофотометров.

4.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.3 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.

4.4 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

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки, системное руководство пользования прибором и руководство по эксплуатации спектрофотометра, имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н, прошедшие полный инструктаж по технике безопасности и прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемым видам измерений.

(п. 5 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- | | |
|--|-----------------|
| • температура окружающей среды, °С | от + 18 до + 25 |
| • относительная влажность воздуха, %, не более | 70 |
| • атмосферное давление, кПа | от 94 до 106 |
| • напряжение питания сети, В | от 100 до 240 |
| • частота, Гц | 50/60 |

6.2 Помещение, где проводится поверка должно быть чистым и сухим, не допускается наличия коррозирующих испарений, органогалогенидов, органических растворителей, силоксанов, масляного тумана и пыли, которые могут влиять на точность измерений и значительно сокращают срок службы спектрофотометра. Наличие паров органогалогенидов (диформетана, 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 Спектрофотометр не должен подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не ставьте его около окна. В помещении должны отсутствовать механические вибрации. Частота возмущающих вибраций, действующих на спектрофотометры, не должна быть более 30 Гц, амплитуда скорости колебаний не должна превышать 0,06 мм/с. Если показатели вибрации в помещении превышают указанные значения, спектрофотометры должны быть установлены на виброизолирующем фундаменте.

6.4 В помещении не допускаются посторонние источники видимого излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

6.5 Рядом со спектрофотометром не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п., чтобы крышка прибора не нагревалась (до 70 °С или больше). Допускаемый перепад температуры в течение поверки – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Установить спектрофотометр вдали от приборов, генерирующих сильные магнитные и высокочастотные поля. Общий вес спектрофотометра с компьютером около 100 кг. Используйте для установки оборудования стол, выдерживающий такую нагрузку. Обеспечьте 200 мм свободного пространства с правой стороны прибора для доступа к кабелю.

7.2 Соедините кабелем USB ПК и спектрофотометр. Присоедините стандартный кабель электропитания. Проверьте, что окно технического обслуживания закрыто, и что крышка кюветного отделения закреплена. Нажмите кнопку запуска внизу передней панели спектрофотометра.

7.3 Установить программное обеспечение «LabSolutions IR» на компьютер. Активировать приложение «LabSolutions IR». Дважды кликните на иконке «LabSolutions IR» рабочего стола или выберите в меню «LabSolutions IR».

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 спектрофотометров должно быть установлено:

- отсутствие видимых механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;
- состояние и четкость маркировок;
- состояние соединительных кабелей и подключение к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Спектрофотометры 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 В главном окне программы «LabSolutions IR» выбрать пункт «Initialize» (Инициализация) в закладке «Instrument» (Прибор) (см. рисунок 1).

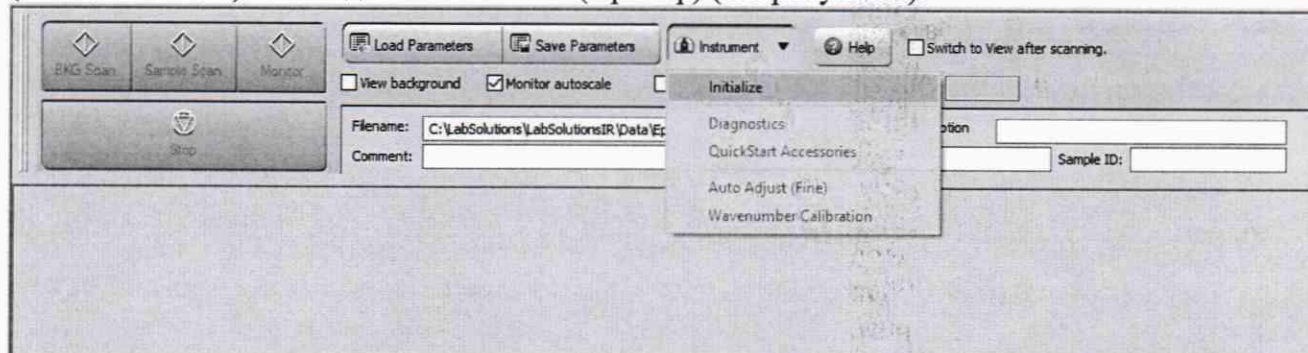


Рисунок 1

Выполняется автоматическая диагностика, и результаты отображаются в окне регистрации «log window». Когда проверка каждого пункта завершена, в протокол записывается значение «Pass». Если проверка пункта прошла не успешно, то в протокол записывается «Fail».

(п.8.2.1 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.2.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию опробования, если после прохождения автоматической диагностики в окне регистрации появится сообщение «INIT SUCCESS» (Инициализация прошла успешно).

(п.8.2.2 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрофотометров необходимо в главном окне программы «LabSolution IR» зайти во вкладку «Help» и затем нажать на раздел «About». После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.3 Спектрофотометры признаются прошедшими операцию поверку, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions IR
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.02
Цифровой идентификатор ПО	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

(п.8.3, таблица 3 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел (стандартный, для среднего ИК-диапазона, для ближнего ИК-диапазона) и расчёт абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

(п.8.4.1 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.1.1 В главном окне программы «LabSolutions IR» нажать функциональную кнопку «Spectrum», провести установки всех необходимых параметров в программе «LabSolutions IR»: Режим измерения «Measurement Mode - Transmittance (%T)» (Пропускание); установите функцию аподизации «Apodization - Happ-Genzel» (Гаппа-Генцеля); установите количество сканирований «No. of Scans» – «6». Откройте опускающееся меню, затем установите разрешение, которое будет использоваться при измерениях «Resolution»: $0,25 \text{ см}^{-1}$ (для модели IRTracer-100) и $0,5 \text{ см}^{-1}$ (для модели IRAffinity-1S). Установить интервалы сканирования для модели IRAffinity-1S «Range (cm-1)» – от 7800 до 537; от 3100 до 537; от 7800 до 4000, для модели IRTracer-100 «Range (cm-1)» - от 7800 до 537; от 3100 до 537; от 10300 до 4000.

Для спектрофотометров, работающих в стандартном, среднем ИК и ближнем ИК диапазонах установить в отсек проб Мету волнового числа МВЧ-001. Записать спектр поглощения пленки, нажав на кнопку «Sample» (Проба). Начнется измерение меры, при этом в строке состояния в нижнем левом углу экрана можно наблюдать информацию о ходе процесса измерения. После окончания измерения нажмите кнопку «Calc» (Расчет) для высвечивания результата определения пиков. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения (3082 ± 10 ; 3060 ± 10 ; 2849 ± 10 ; 1943 ± 10 ; 1802 ± 10 ; 1601 ± 10 ; 1154 ± 10 ; 1028 ± 10 ; 841 ± 10 ; $540 \pm 10 \text{ см}^{-1}$). Для

показа или скрытия таблицы пиков открыть меню, кликнуть правой клавишей в окне спектра «Spectrum window» и нажать «Show Peak Table» (Показать таблицу пиков). Операцию повторить 5 (пять) раз.

(п.8.4.1.1 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г, в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.1.2 Для спектрофотометров, работающих в стандартном и ближнем ИК диапазоне установить в отсек проб Меру волновых чисел BRM 2065. Провести измерения согласно п. 8.4.1.1 для линий поглощения ($5138,5 \pm 10,0$; $6805,3 \pm 10,0$; $7313,8 \pm 10,0$ см^{-1}) для IRAffinity-1S, для линий поглощения ($5138,5 \pm 10,0$; $6805,3 \pm 10,0$; $7313,8 \pm 10,0$; $8179,4 \pm 10,0$; $9294,1 \pm 10,0$; $10245,6 \pm 10,0$ см^{-1}) для IRTracer-100.

(п.8.4.1.2 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г, в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.1.3 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в п.п. 8.4.1.1 и 8.4.1.2 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 – значение волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения, см^{-1}

8.4.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых числе для каждой линии по формуле (2):

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

где ν_{oi} – значение линий поглощения спектра мер волновых чисел, см^{-1} , указанное в свидетельстве о поверке.

(п.8.4.1.4 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г, в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.1.5 За абсолютную погрешность принимают наибольшее значение $\Delta \nu$, см^{-1} для каждой линии.

(п.8.4.1.5 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г, в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.1.6 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверку, если спектральный диапазон по шкале волновых чисел составляет:

для модели IRTracer-100:

- стандартный от 7800 до 537 см^{-1} ;
- для среднего ИК диапазона от 3100 до 537 см^{-1} ;
- для ближнего ИК-диапазона от 10300 до 4000 см^{-1} .

для модели IRAffinity-1S:

- стандартный от 7800 до 537 см^{-1} ;
- для среднего ИК диапазона от 3100 до 537 см^{-1} ;
- для ближнего ИК-диапазона от 7800 до 4000 см^{-1} .

Значения абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел не

превышают $\pm 1,5 \text{ см}^{-1}$.

(п.8.4.1.6 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.2 Определение отношения сигнал/шум

8.4.2.1 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.

8.4.2.2 Сканирование фона последовательно производится при разрешении 4 см^{-1} , скорости зеркала $2,8 \text{ мм/сек}$ и функции аподизации «Sqaq-Triangl», количество сканирований 45, интегрирование производится в течение одной минуты и используется шум вблизи 2200 см^{-1} , чтобы избежать влияния пиков водяного пара (около от 4500 до 3500 см^{-1} и от 2100 до 1300 см^{-1}) и CO_2 (около от 2400 до 2300 см^{-1}).

8.4.2.3 В меню «LabSolutions IR» выбрать вкладку «Macro», во вкладке «Macro» выбрать пункт «PerformanceCheck_IRSpirit» (см. рисунок 2), программа запустится автоматически после нажатия кнопки «Run».

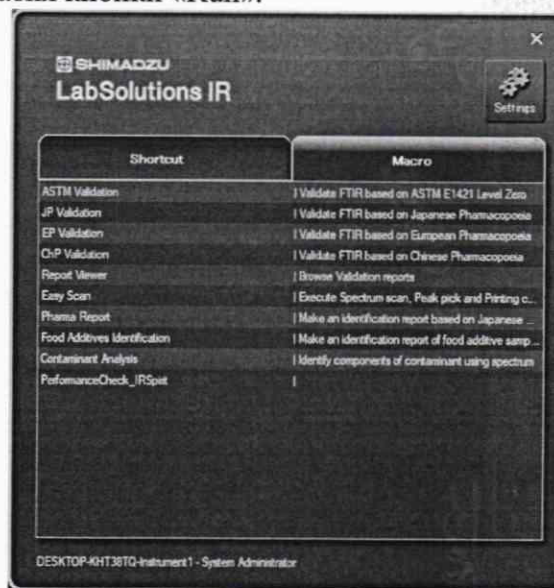


Рисунок 2

После выполнения программы на экран выводится значение отношения сигнал/шум (см. рисунок 3).

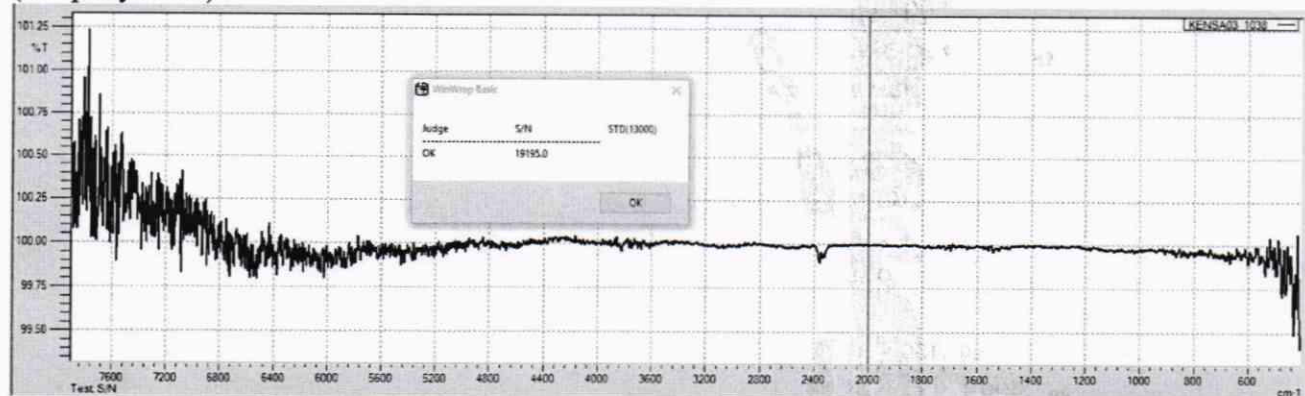


Рисунок 3

(п.8.4.2.3 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г, в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.2.4 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение соотношения сигнал/шум:

для модели IRTracer-100

- не ниже 60 000:1 при разрешении 4 см^{-1} , интегрирование в течение одной минуты, около 2200 см^{-1} , пик-пик;

для модели IRAffinity-1S

- не ниже 30 000:1 при разрешении 4 см^{-1} , интегрирование в течение одной минуты, около 2200 см^{-1} , пик-пик.

(п.8.4.2.4 в редакции с изменениями № 2 согласно извещению об изменении № 2, введенным в действие 19.08.2019 г.)

8.4.3 Определение спектрального разрешения

8.4.3.1 Спектральное разрешение спектрофотометров определяют по наличию на спектрограмме двух линий поглощения паров воды в атмосфере. Записывают линии поглощения в диапазоне волновых чисел от $1475,0$ до $1470,0 \text{ см}^{-1}$ в однолучевом режиме с максимальным разрешением для спектрофотометра модели IRAffinity-1S и в диапазоне волновых чисел от $1843,0$ до $1831,0 \text{ см}^{-1}$ в однолучевом режиме с максимальным разрешением для спектрофотометра модели IRTracer-100. Количество сканов 16, функция аподизации «NON». Определяется ширина пиков на полувысоте самого узкого пика в этом диапазоне.

(п. 8.4.3.1 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г.)

8.4.3.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение спектрального разрешения не хуже (не более), см^{-1} : 0,25 - для модели IRTracer-100, 0,5 - для модели IRAffinity-1S.

(п.8.4.3.2 в редакции с изменениями № 1 от 01.03.2017 г.)

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (Приложение А).

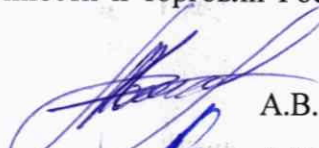


9.2 Спектрофотометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.3 фактических значений метрологических характеристик спектрофотометров и (или) наносят знак поверки согласно Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Спектрофотометры, у которых в процессе поверки получены отрицательные результаты, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается «Извещение о непригодности» с указанием причин непригодности в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»


А.В. Иванов

А.Н. Шобина

В.М. Сергеева

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(Обязательное)

к Методике поверки МП 18.Д4-14 с изменениями 1, 2
Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRTracer-100 и IRAffinity-1S**ПРОТОКОЛ****первичной / периодической поверки**

от « _____ » _____ 201_ года

Средство измерений: Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRTracer-100 и IRAffinity-1S

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

IRTracer-100 и IRAffinity-1S

Зав.№ _____ №/№ _____

Заводские номера блоков _____

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН _____

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 18.Д4-14 с изменениями 2 «ГСИ. Фурье - спектрофотометры инфракрасные IRTracer-100 и IRAffinity-1S. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 19 августа 2019 г.

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 окружающей среды, °С от + 18 до + 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 70
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106
- напряжение питания сети, В от 100 до 240
- частота, Гц 50/60

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Наименование характеристика	Результат	Требования методики поверки	
		IRTracer-100	IRAffinity-1S
Спектральный диапазон по шкале волновых чисел, см ⁻¹ - стандартный - для среднего ИК диапазона - для ближнего ИК диапазона		от 7800 до 537 от 3100 до 537 от 10300 до 537	от 7800 до 537 от 3100 до 537 от 7800 до 4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹		±1,5	
Спектральное разрешение, см ⁻¹ , не менее		0,25	0,5
Отношение сигнал/шум, не менее: - разрешение 4 см ⁻¹ , интегрирование в течение одной минуты, около 2200 см ⁻¹ , пик-пик		60 000:1	30 000:1

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность