

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов

«20» октября 2021 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

ИК-Фурье спектрометры MATRIX-MG

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 021.Д4-21

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«04» октября 2021 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

«18» октября 2021 г.

г. Москва
2021

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на ИК-Фурье спектрометры MATRIX-MG (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Спектрометры предназначены для измерений оптических спектров пропускания в инфракрасном (ИК) диапазоне, качественного и количественного анализа компонентов в газовых смесях.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единицы длины – метра ГЭТ 2-2021, в соответствии с локальной поверочной схемой для средств измерений длин волн в инфракрасной области, утверждённой ФГУП «ВНИИОФИ» 08.09.2016 г. (Приложение А). Поверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение		
	MATRIX-MG01	MATRIX-MG2	MATRIX-MG5
Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹ :			
МСТ детектор «D313/A» охлаждаемый азотом LN2	от 4000 до 400		
МСТ детектор «DC313/MMG-U» охлаждаемый криокулером	от 4000 до 700		
МСТ детектор «D316/A-U» охлаждаемый азотом LN2	от 4000 до 600		
МСТ детектор «DC316/ MMG-U» охлаждаемый криокулером	от 4000 до 600		
МСТ детектор «D313T/MMG-U» с термо-электронным охлаждением	от 4000 до 800		
DLaTGS детектор «D301-T/A-U»	от 4000 до 370		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹	±1,0		

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик	10	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да

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

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Основные и вспомогательные средства поверки

Операция поверки, требующая применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от минус 10°C до плюс 50 °C, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,2$ °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 98 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений относительной влажности ± 3 %; Средства измерений абсолютного давления в диапазоне от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений абсолютного давления 0,13 кПа	Измерители параметров микроклимата Метеоскоп, рег. № 32014-06
п. 10 Определенные метрологические характеристики	Рабочий эталон по локальной поверочной схеме для средств измерений длин волн в инфракрасной области, утверждённой ФГУП «ВНИИОФИ» 08.09.2016 Спектральный диапазон по шкале волновых чисел от 4000 до 350 см ⁻¹ , границы абсолютной погрешности $\pm 1 \cdot 10^{-3}$ мкм при доверительной вероятности 0,95	Мера спектра поглощения по локальной поверочной схеме для средств измерений длин волн в инфракрасной области, утверждённой ФГУП «ВНИИОФИ» 08.09.2016*
* - В качестве меры спектра поглощения применяются пары воды в атмосфере или аммиак. Значения волновых чисел ИК-спектров паров воды и аммиака, соответствующие максимальным значениям интенсивности пропускания в спектре поглощения приведены в таблице 4.		

3.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

3.3 Допускается применение других веществ в качестве мер спектра поглощения, имеющих установленный спектр поглощения (в т.ч. в таблицах ССД)

Таблица 4 - Значения волновых чисел ИК-спектров паров воды и аммиака, соответствующие максимальным значениям интенсивности пропускания в спектре поглощения.

Пары воды	Аммиак
Значение волнового числа*, см ⁻¹	Значение волнового числа*, см ⁻¹
208,5	745,4
254,0	827,7
302,5	908,
370,0	992,6
403,0	1046,4
472,5	1122,1
526,0	1195,0
576,4	
648,9	
721,0	
1387,5	
1405,0	
1464,9	
1576,2	
1616,7	
1662,8	
1739,8	
1889,6	
3509,5	
3701,9	
3801,4	
3838,0	
3885,9	
3925,1	
* - количество пиков в спектре может меняться в зависимости от типа детектора	

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (далее – РЭ) спектрометра и средств поверки, а также их правила хранения и применения, 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 15.12.2020 № 903н, и имеющих опыт работы с высокоточными средствами измерений в области инфракрасной спектроскопии; прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.20 г. № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 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 Требования к условиям проведения поверки

6.1 Все этапы поверки проводят при следующих условиях:

- | | |
|--|---------------|
| – температура окружающего воздуха, °C: | 20 ± 5; |
| – относительная влажность воздуха, %: | от 30 до 70; |
| – атмосферное давление, кПа: | от 93 до 109. |

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Комплектность поверяемого спектрометра должна соответствовать комплектности, приведенной в нормативной документации (руководство по эксплуатации и описание типа).

7.2 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей поверяемый спектрометр;
- отсутствие на наружных поверхностях поверяемого спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

7.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения, а комплектность соответствует комплектности, приведенной в нормативной документации (руководство по эксплуатации и описание типа).

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.2 Проведение внутренних настроечных («ОQ» и «PQ») тестов

8.2.1 В рабочем окне зайти в меню «Validation/Валидация» - «Setup OVP/Настройка OVP», во вкладке «OVP Test Channel Sup/Настройка канала OVP: Теста» нажать кнопку «Save/Сохранить» (см. рисунок 1).

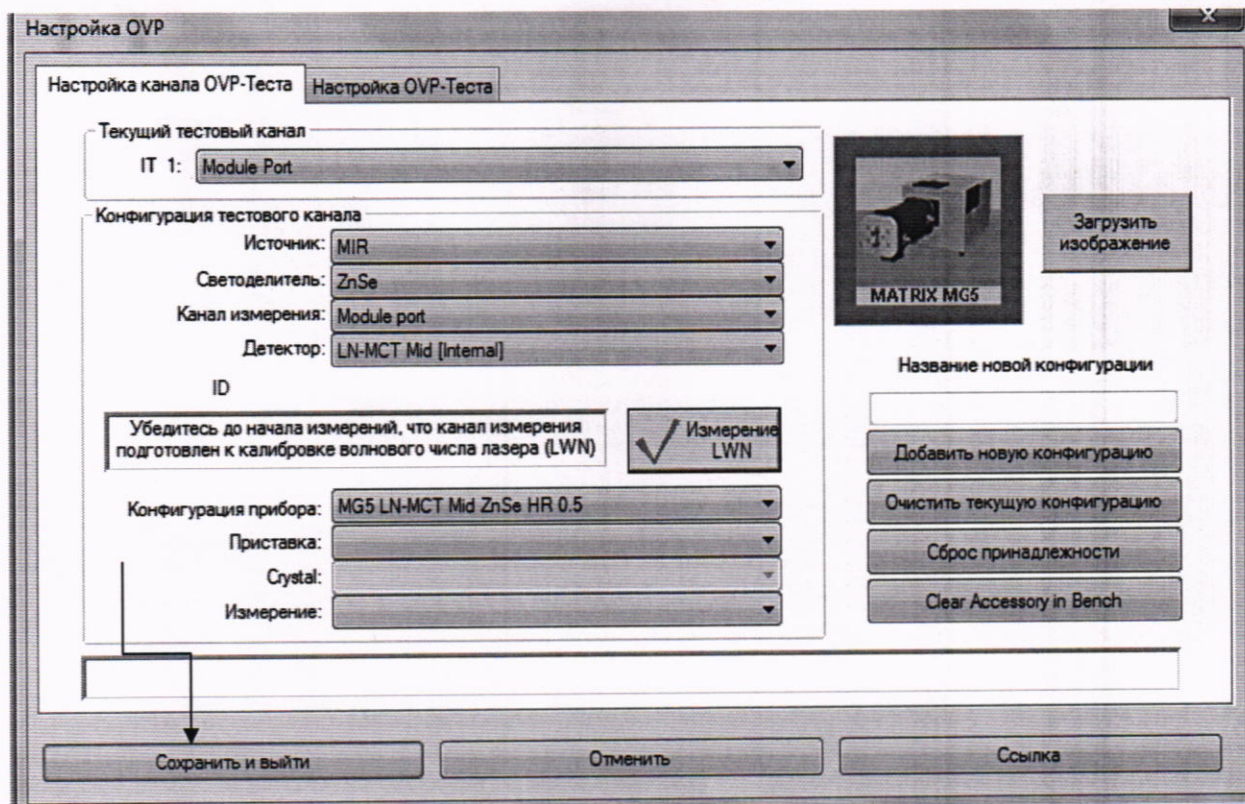


Рисунок 1 - Настройка OVP

8.2.2 Запустить измерение длины волны лазера нажатием на кнопку «Измерение».

Длина волны лазера автоматически калибруется и корректируется. По окончании настройки длины волны лазера, в открывшемся диалоговом окне, нажать кнопку «Yes» (см. рис. 2).

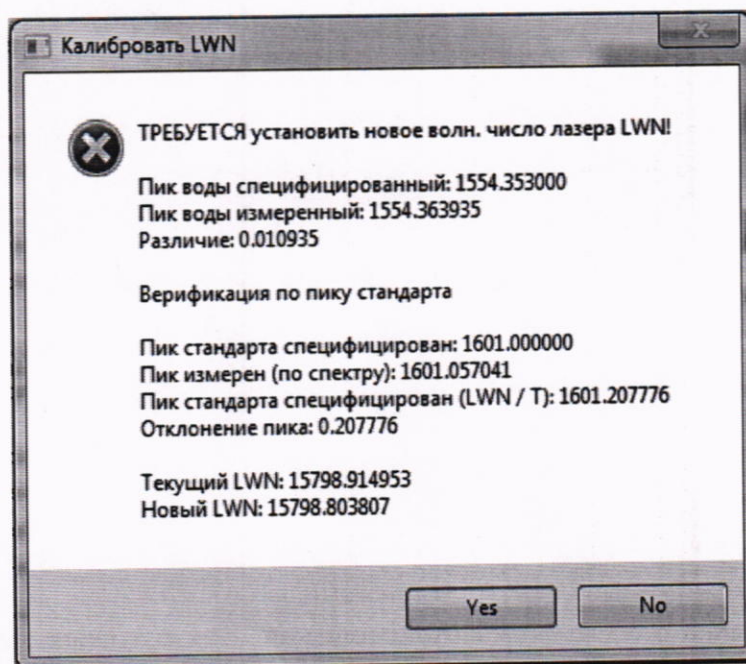


Рисунок 2 –Диалоговое окно

8.2.3 В рабочем окне зайти в меню «Validation/Валидация» выбрать пункт «Run OVP Test/Запустить OVP-Тесты», в открывшемся диалоговом окне в вкладке «OVP - Run Test/OVP - Запустить Тесты» выбрать «OQ - Test» и «PQ - Test» (см. рисунок 3).

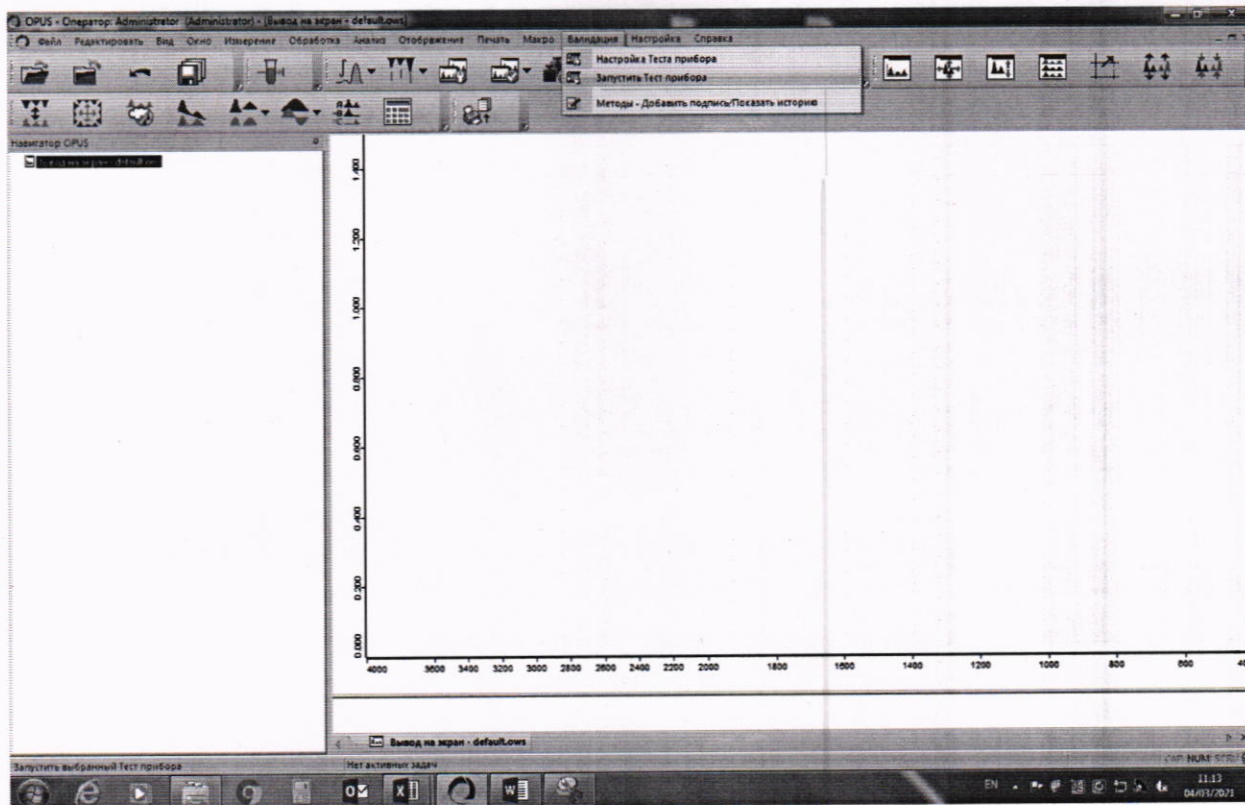


Рисунок 3 - Запуск OVP-Тестов

8.2.4 Нажать «Run Test/Запустить выбранные тесты». Спектрометр автоматически проходит тесты «OQ» и «PQ». Во время прохождения теста внизу рабочего окна ПО строка состояния окрашивается зеленым и отображается информация о процессе прохождения теста.

По завершении на рабочем экране отображаются протоколы с результатами теста (см. рисунки 4, 5), которые автоматически сохраняются в формате pdf на ПК в рабочей папке программы «OPUS» в каталоге «Validation» - «Reports». Если тест проведен успешно, то внизу протокола указывается «Passed/Пройден» и все пункты прошедшие тест отмечены зелеными галочками. Если измеренные значения превышают установленные пределы, то напротив пункта не прошедшего проверку стоит красный крест «Fall/Не пройден».

OVP - OQ Test Protocol

Company: Bruker Optik GmbH
Operator: Admin
Instrument Type: INVENIO-R Sample Compartment RT-DLxTGS
Optics Configuration: Sample Compartment with: MIR, KBr, RT-DLxTGS (Internal Pos.1)
Accessory: None
Instrument Serial Number: 31
Instrument Firmware Version: 1.200 6-4-4 Dec 11 2018
OPUS/OS Version: OPUS 8.1 Build: 8.1.29 / DB: 8.1.29.263
Overall Test Result: PASSED
Test expires: 08.04.2020 13:27:01 (GMT+2)
Test Date/Time: 08.04.2019, 13:27:01 (GMT+2)
Test Spectra Path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.1.29\validation\data\120190408\132701

Comment

Resolution Test			
CD Band:	2178.28 cm ⁻¹		
Maximum Resolution:	0.16 cm ⁻¹	Measured Resolution:	0.14 cm ⁻¹
Sensitivity Test			
Measurement Region, Start:	2200.00 cm ⁻¹	Measurement Region, End:	2100.00 cm ⁻¹
Minimum S/N:	7500	Measured S/N:	12525.01
Energy (Extinction) Test			
Minimum Energy Value:	0.10%	Energy at 2500.00 cm ⁻¹ :	0.76%
Maximum Energy Value:	0.20%	Energy at 2178.00 cm ⁻¹ :	1.64%
Wavenumber Accuracy Test Water Vapor			
Expected Band:	1554.353 cm ⁻¹	Measured Band:	1554.353 cm ⁻¹
Maximum Deviation:	0.005 cm ⁻¹	Measured Deviation:	0.000 cm ⁻¹
Photometric Accuracy Test			
Maximum Zero Crossing Value:	0.200%	Measured Value:	0.024%
Scan Time Test			
Maximum Scan Time:	5.00 Sec	Measured Scan Time:	2.38 Sec
Alignment Test			
Interferogram Peak Range:	75000 - 65000	Measured Peak Position:	69204
		Peak Amplitude:	14723

Overall Test Result = PASSED

Рисунок 4- Протокол «OQ» Теста

OVP - PQ Test Protocol

Company: Bruker Optik GmbH
 Operator: Admin
 Instrument Type: INVENIO-R Sample Compartment RT-DLxTGS
 Optics Configuration: Sample Compartment with: MIR, KBr, RT-DLxTGS [Internal Pos.1]
 Accessory: None
 Instrument Serial Number: 31
 Instrument Firmware Version: 1.200 6-4-4 Dec 11 2018
 OPUS/OS Version: OPUS 8.1 Build: 8.1.29 / DB: 8.1.29.263
 Overall Test Result: PASSED
 Test expires: 08.05.2019, 13:27:01 (GMT+2)
 Test Date/Time: 08.04.2019, 13:27:01 (GMT+2)
 Test Spectra Path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.1.29\validation\data\120190408\132701
 Date of last PQ Reference Measurement: 15.10.2018
 Comment:

Signal to Noise Test			
Minimum S/N (area 1):	3750	Measured S/N:	10495
100% Line Test			
Maximum 100% Line Deviation:	0.5	Measured 100% Line Deviation:	0.08
Interferogram Peak Test			
Minimum Amplitude[%]:	70	Measured Amplitude[%]:	96.6
Energy Test			
Maximum allowed Value:	38	Measured Value:	4.3
Wavenumber Accuracy Test - Polyethylene (FTIR) (Peak at 1.0 cm ⁻¹)			
Sample Material:	Polyethylene		
Specified Peak:	1601.45 cm ⁻¹	Maximum Deviation:	0.50 cm ⁻¹
Measured Peak:	1601.16 cm ⁻¹		
Corrected Peak:	1601.32 cm ⁻¹	Measured Deviation:	0.13 cm ⁻¹
Photometric Accuracy Test - Glass Filter A			
Maximum Deviation[%]:	0.8	Measured Deviation[%]:	0.17

Overall Test Result = PASSED

Рисунок 5 - Протокол «PQ» Теста

8.2.5 Спектрометры считаются выдержавшими операцию поверки, если после прохождения «OQ» и «PQ» тестов в результатах указано «Passed/Пройден».

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Активировать программное обеспечение «OPUS» (далее - ПО) двойным нажатием по ярлыку «OPUS»  на рабочем столе ПК После запуска программы спектрометра появляется информация о программном обеспечении (см. рис. 6).

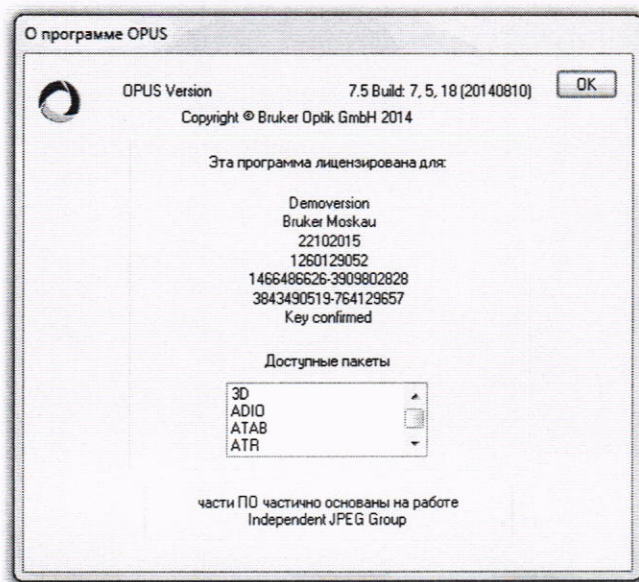


Рисунок 6 - Информация о программном обеспечении

9.2 Далее появится окно входа, в котором необходимо выбрать пользователя и ввести пароль. По умолчанию пароль у всех учетных записей – OPUS. После входа в программу спектрометр подключается к ПО OPUS автоматически.

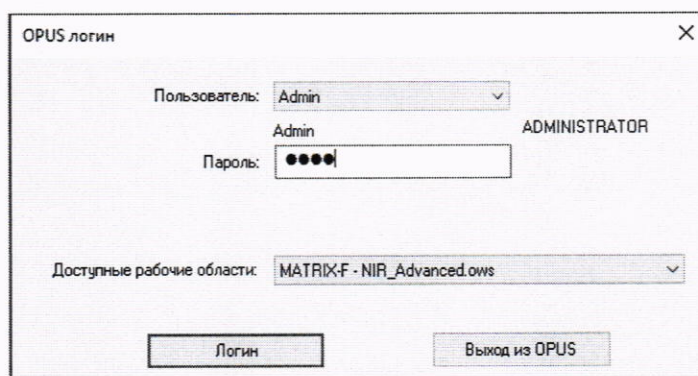


Рис. 7 - Окно входа

9.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OPUS
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	7.5

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка спектрального диапазона и определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

10.1.1 Определить наличие паров воды в атмосфере с помощью измерителя параметров микроклимата посредством измерения влажности. Дальнейшее проведение испытаний возможно, если влажность воздуха составляет не менее 30 %.

10.1.2 Снять с помощью спектрометра спектр паров воды в атмосфере. Для этого нажать вкладку «Измерение». Далее «повтор измерений» (см. рис. 8)

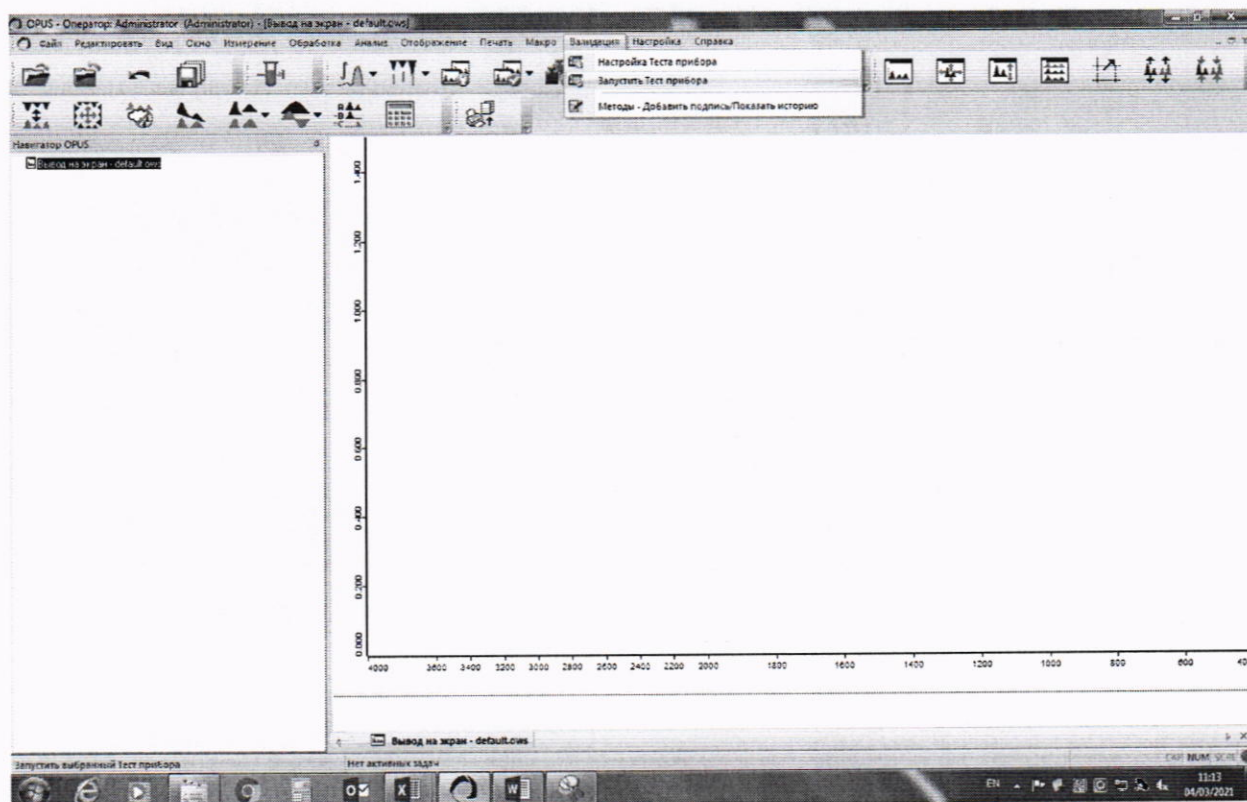


Рисунок 8 - Запуск измерений

10.1.3 Ввести параметры анализа (см. рис. 9-10).

The screenshot shows the 'Повтор измерений' (Repeat Measurements) dialog box. It has several tabs: 'Основное' (Basic), 'Расширенный' (Advanced), 'Оптика' (Optics), 'Накопление данных' (Data Accumulation), 'Фурье преобразование' (Fourier Transformation), 'Экран' (Screen), 'Фон' (Background), and 'Проверка сигнала' (Signal Check). The 'Основное' tab is active. It contains the following fields and controls:

- 'Эксперимент': 'Загрузить' (Load) and 'Поверка хрт' (Calibration) buttons.
- 'Имя оператора': 'Administrator'.
- 'Имя образца': 'H2O' with an 'Авто' (Auto) button.
- 'Образец из': 'Instrument type and / or accessory' with an 'Авто' (Auto) button.
- 'Путь': 'C:\Спектры'.
- 'Имя файла': '2021-03-04 H2O'.
- 'Повторить измерение': '5' with a spin box and the unit 'раз' (times).
- 'Задержка между измерениями': '5' with a spin box and the unit 'сек' (seconds).
- 'Фон, однолучевой спектр': A button.
- 'Многочастотные измерения': A button.
- At the bottom: 'Принять & Выйти' (Accept & Exit), 'Отмена' (Cancel), and 'Справка' (Help) buttons.

Рисунок 9 - Параметры анализа

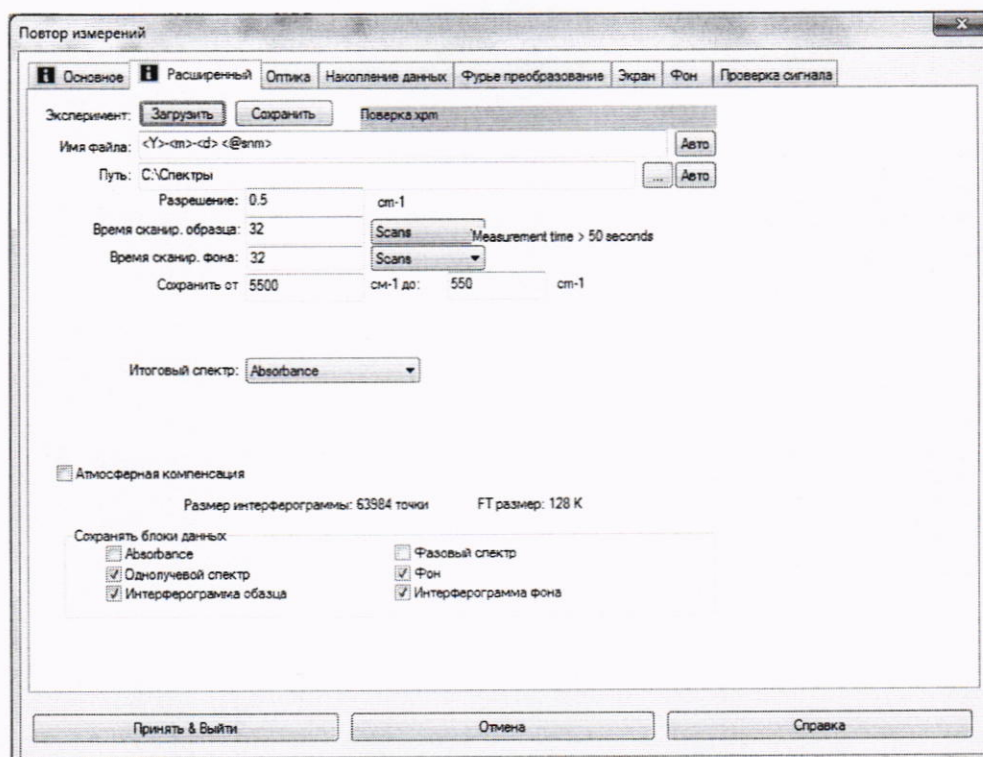


Рисунок 10 - Параметры анализа

10.1.4 Повторить измерение спектра ещё 4 раза.

10.1.5 Спектрометры считаются выдержавшими операцию поверки, если спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел соответствует данным указанным в таблице 5.

Таблица 5

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон измерений по шкале волновых чисел, см ⁻¹ :	
MCT детектор «D313/A» охлаждаемый азотом LN2	от 4000 до 720
MCT детектор «DC313/MMG-U» охлаждаемый криокулером	от 4000 до 700
MCT детектор «D316/A-U» охлаждаемый азотом LN2	от 4000 до 600
MCT детектор «DC316/ MMG-U» охлаждаемый криокулером	от 4000 до 600
MCT детектор «D313T/MMG-U» с термо-электронным охлаждением	от 4000 до 800
DLaTGS детектор «D301-T/A-U»	от 4000 до 370

10.1.6 Для получения значений волнового числа пиков отсканированного спектра необходимо нажать вкладку «показать список пиков» (см. рис. 11)

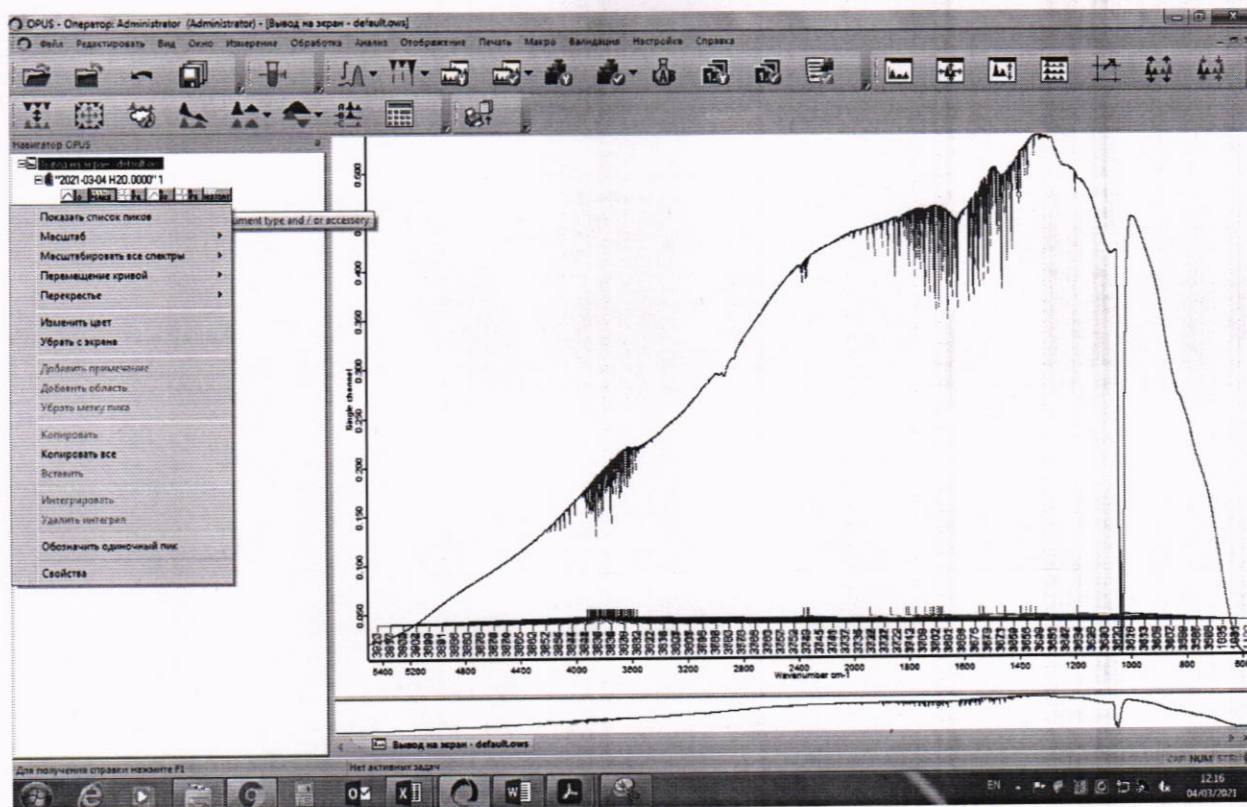


Рисунок 11 - Получение значений волновых чисел

10.1.7 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений

11.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

11.1.1.1 Из значений волновых чисел полученным в п. 10.1 настоящей методики поверки, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения паров воды в атмосфере в соответствии с ГОСТ 8.229-2013, рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел $\bar{\nu}_i$, см^{-1} , по формуле (1):

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

где ν_i – значение волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения при записи на поверяемом спектрометре, см^{-1} .

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

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

где ν_{oi} – действительные значения линий поглощения спектра паров воды в атмосфере, см^{-1} из ГОСТ 8.229-2013.

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

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

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.3 При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.3 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

А.В. Иванов

Начальник сектора отдела Д-4

Н.Ю. Грязских

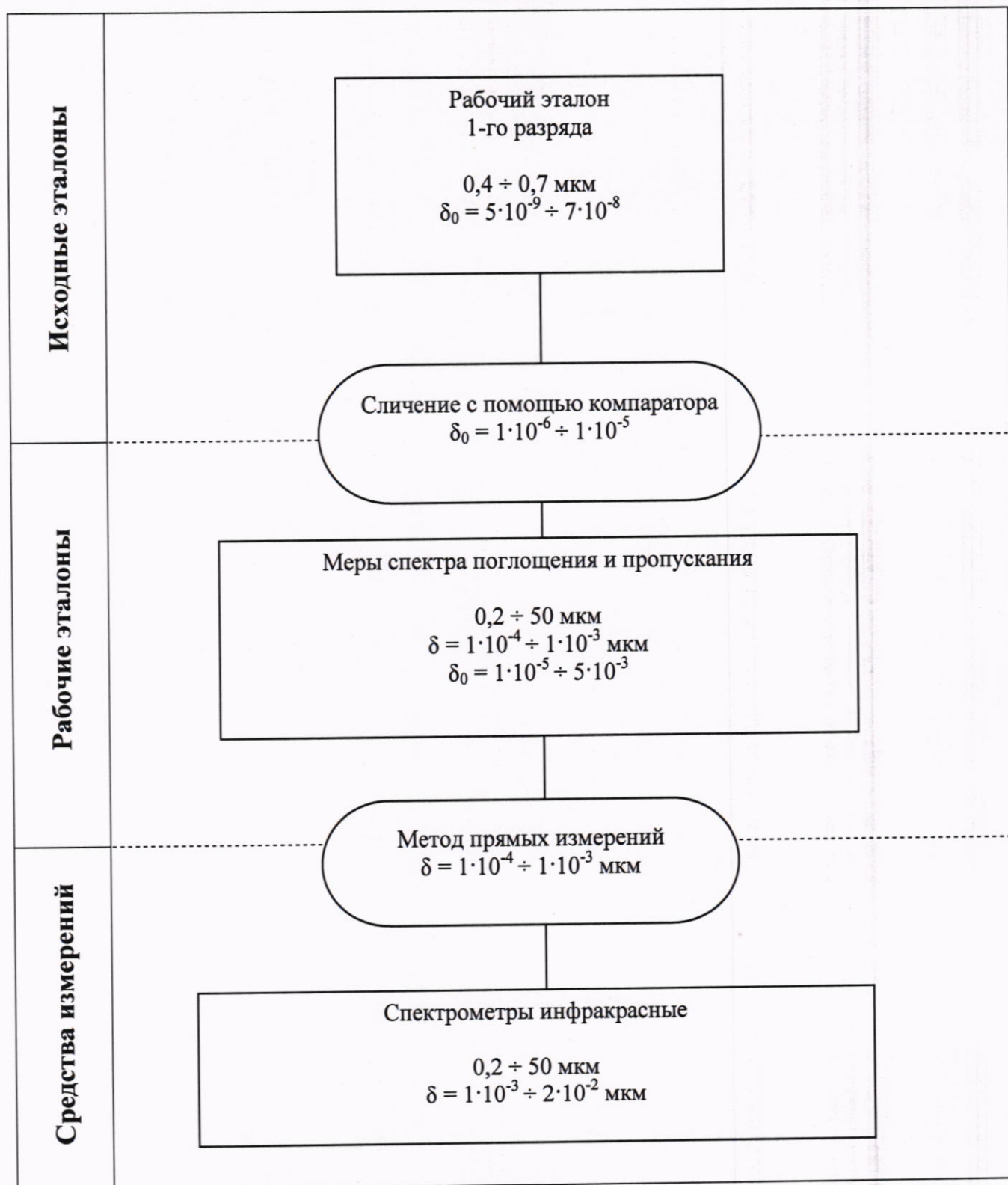
Ведущий инженер отдела Д-4

И.Н. Зябликова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)

к Методике поверки МП 021.Д4-21
«ГСИ. ИК-Фурье спектрометры MATRIX-MG. Методика поверки»

Структура локальной поверочной схемы для средств измерения длин волн
в инфракрасной области



ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(Рекомендуемое)

к Методике поверки МП 021.Д4-21
«ГСИ. ИК-Фурье спектрометры MATRIX-MG. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от «____» _____ 20__ года

Средство измерений: «ИК-Фурье спектрометры MATRIX-MG»
Наименование СИ, тип

Заводской № _____
_____ модификация

Год выпуска _____
Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН, КПП

Поверено в соответствии с МП 021.Д4-21 «ГСИ. ИК-Фурье спектрометры MATRIX-MG.
методикой поверки

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата
Методика поверки», согласованная ФГУП «ВНИИОФИ» 20.10.2021

С применением эталонов: _____
(наименование, заводской №, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов _____

Температура °С _____

Влажность % _____

Давление кПа _____

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Внешний осмотр: _____

Опробование: _____

Версия ПО: _____

Получены результаты определения метрологических характеристик:

Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел _____

Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел _____

Рекомендации: _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители _____
_____ Подписи, Ф.И.О., должность