

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.п.

« 23 » 01 2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
ИК-Фурье-спектрометры ХРОМАТРОН

Методика поверки
МП-242-2596-2024

Руководитель научно-исследовательского
отдела государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2024

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на ИК-Фурье-спектрометры ХРОМАТРОН, изготавливаемые в модификациях FT-4500, FT-4700, FT-4900 (далее по тексту - спектрометры), и устанавливает методы и средства их поверки.

Методика поверки обеспечивает прослеживаемость шкалы волновых чисел поверяемого спектрометра к государственному первичному эталону ГЭТ 2-2021 единицы длины – метра в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2840.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым спектрометром значений волновых чисел, соответствующих положениям максимумов (или минимумов) характеристических полос поглощения меры волновых чисел.

2 Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1. Допускается использовать настройки программного обеспечения, позволяющие провести несколько операций по таблице 1 без остановки процесса измерений после завершения каждого этапа при условии вывода результатов по каждой операции в отдельности.

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	Да	Да	10
-определение спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел	Да	Да	10.2
-определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	Да	Да	10.3
-определение отношения сигнал/ шум	Да	Да	10.4
-подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям	Да	Да	10.5

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +17 до +28 °С;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке и имеющие навыки обращения с оптическими элементами.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
Раздел 8 Подготовка к поверке и опробование	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 до +50 °С; абсолютная погрешность не более ± 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха с диапазоном измерений не менее чем от 10 до 85 %, абсолютная погрешность не более ± 5 %	Прибор комбинированный Testo 608-H1 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)

Продолжение таблицы 2

1	2	3
Раздел 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям	Рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утверждённой приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840 (часть 1): Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: не уже чем от 3100 до 537 см ⁻¹ . Номинальные значения воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания, см ⁻¹ : 3082±10; 3060±10; 2849±10; 1943±10; 1802±10; 1601±10; 1372±10; 1154±10; 1028±10; 841±10; 540±10. Доверительные границы относительных погрешностей от до $\pm 5 \cdot 10^{-5}$ до $\pm 5 \cdot 10^{-3}$ при $P = 0,99$ (пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания $\pm 0,5$ см ⁻¹)	Мера волнового числа МВЧ-001 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 67321-17)

5.2. Все применяемые средства измерений, перечисленные в таблице 2, должны иметь актуальную запись о результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

5.3. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки спектрометров следует соблюдать требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 № 903н, а также требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

7 Внешний осмотр

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие спектрометров следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации спектрометров (далее – РЭ) и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований безопасности.

8.1.2 При подготовке к поверке проверяют выполнение условий, установленных в разделе 3 настоящей методики поверки, и заносят в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, относительная влажность воздуха).

8.1.3 Подготавливают средства поверки, перечисленные в пункте 5.1.

8.1.4 Подготавливают спектрометр к работе с персональным компьютером, включают спектрометр и персональный компьютер в сеть согласно Руководству по эксплуатации, запускают программное обеспечение MILAS. В кюветном отделении должен быть установлен универсальный кюветодержатель без установки каких-либо кювет.

8.1.5 Выдерживают спектрометр во включенном состоянии перед началом поверки в течение 2 часов.

8.2 Опробование

8.2.1 В главном окне программного обеспечения MILAS (далее - программное обеспечение) проверяют, что спектрометр подключен к программному обеспечению.

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если имеется подключение спектрометра к программному обеспечению и спектрометр готов к работе.

9 Проверка программного обеспечения

В главном меню программного обеспечения выбирают пункты Help/About. Открывшееся окно «About» содержит основную информацию о приборе, в том числе версию программного обеспечения. Для закрытия окна нажимают кнопку «ОК».

Результат проверки считается положительным, если программное обеспечение соответствует требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MILAS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.x.xx
Цифровой идентификатор ПО	—
Примечание - Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового обозначения в начале номера версии, и последующим рядом цифр, принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО (обозначенных буквами «х»).	

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям

10.1 Устанавливают с помощью программного обеспечения параметры работы спектрометра в соответствии с таблицей 4. Указанные в таблице 4 параметры устанавливаются для определения всех метрологических характеристик поверяемого спектрометра, если не указано иное.

Таблица 4 - Параметры регистрации спектров

Параметр	Значение
Num of scans (количество сканирований)	32
Y-axis Format (формат данных по оси Y)	% Transmittance (коэффициент пропускания в %)
Apodization (аподизация)	Triangle
Resolution (спектральное разрешение)	1 см ⁻¹
Спектральный диапазон	350-7800 см ⁻¹
Gain (Коэффициент усиления)	Auto (авто)

10.2 Определение спектрального диапазона измерений по шкале волновых чисел

10.2.1 Запускают программу управления спектрометром, проверяют установку параметров регистрации спектров в соответствии с таблицей 4 и регистрируют фоновый (энергетический) спектр без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение.

10.2.2 В кюветное отделение спектрометра устанавливают рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утверждённой приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840, часть 1 (далее по тексту - рабочий эталон).

10.2.3 Регистрируют 3 спектра пропускания рабочего эталона и определяют волновые числа, соответствующие минимальным ординатам линий пропускания рабочего эталона в диапазонах (3082±10); (3060±10); (2849±10); (1943±10); (1802±10); (1601±10); (1154±10); (1028±10); (841±10); (540±10) см⁻¹.

10.2.4 Из значений волновых чисел, полученных по п. 10.2.3, рассчитывают среднее арифметическое значение ($\bar{\nu}_k$, см⁻¹) волновых чисел, соответствующие минимальным ординатам линий пропускания рабочего эталона в каждом диапазоне, по формуле:

$$\bar{\nu}_k = \frac{\sum_{i=1}^n \nu_{ik}}{n} \quad (1)$$

где ν_{ik} – измеренное i -ое значение волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания рабочего эталона в k -ой точке спектрального диапазона, см⁻¹;

n – число измерений спектра пропускания меры рабочего эталона.

10.2.5 Результат определения по п.10.2 считают положительным, если каждое из найденных по формуле (1) значений (см. п.10.2.4) удовлетворяет соответствующим диапазонам из п. 10.2.3.

10.3 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

10.3.1 Для значений волновых чисел, соответствующих минимальным ординатам линий пропускания меры рабочего эталона, полученных по п. 10.2.3 настоящей методики поверки, рассчитывают среднее арифметическое значение и значение отклонения ($\Delta\nu_{ik}$, см⁻¹) среднего арифметического значения от действительного значения, соответствующего минимальной ординате линий пропускания рабочего эталона в соответствующем диапазоне:

$$\Delta\nu_{ik} = \bar{\nu}_k - \nu_{k,эт} \quad (2)$$

где $\bar{\nu}_k$ – среднее арифметическое значение результатов измерений волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания рабочего эталона в k -ой точке спектрального диапазона, см⁻¹;

$\nu_{k,эт}$ – действительное значение волнового числа, соответствующее минимальной ординате линии пропускания рабочего эталона в k -ой точке спектрального диапазона, приведенное в протоколе поверки меры, см⁻¹.

10.3.2 За абсолютную погрешность шкалы волновых чисел в k -ом диапазоне принимают наибольшее по абсолютной величине значение отклонения $\Delta\nu_{ik}$, вычисленное по формуле (2).

10.4 Определение отношения сигнал/шум

10.4.1 Проверяют установку параметров регистрации спектров в соответствии с таблицей 4.

10.4.2 Регистрируют фоновый (энергетический) спектр без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение. Непосредственно за этим регистрируют спектр пропускания.

С помощью команды Display Range выделить область спектра от 2000 см⁻¹ до 2100 см⁻¹. Далее выполнить команды Analyses $\Rightarrow$ RMS $\Rightarrow$ Calculate, в результате чего ПО прибора в автоматическом режиме проведет расчет отношения сигнал/шум и выведет его на дисплей.

10.4.3 Повторяют операции по п.10.4.2 еще два раза и затем вычисляют среднее арифметическое значение отношения сигнал/шум по результатам трех измерений, которое принимают за величину сигнал/шум.

10.5 Подтверждение соответствия спектрометров метрологическим требованиям

Соответствие поверяемого спектрометра установленным метрологическим требованиям, приведенным в описании типа средств измерений, считают удовлетворительным, если выполняются следующие требования:

- зарегистрированы линии пропускания, указанные в п. 10.2.3 настоящей методики поверки;
- абсолютная погрешность шкалы волновых чисел не превышает $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$;
- отношение сигнал/шум не менее 30000 (модификация FT-4500), 45000 (модификация FT-4700), 46000 (модификация FT-4900).

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты, полученные при поверке, оформляют в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении А.

11.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным к применению. Спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, не допускается к применению.

11.3 Сведения о результатах поверки спектрометров в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений передаются организацией, проводящей поверку, в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.4 При положительных результатах поверки по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, организация, проводившая поверку, оформляет свидетельство о поверке. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.

11.5 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают, по заявлению владельца спектрометра, или лица, представившего спектрометр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Протокол поверки

от _____
(дата)

Наименование СИ	
Заводской номер	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	От +17 до +28	
Относительная влажность воздуха, %	Не более 75	

Используемые эталоны:

(Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/аттестации)

Внешний осмотр средства измерений _____
(Результаты внешнего осмотра средства измерений)

Опробование средства измерений _____
(Результаты опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений _____

(Результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик

1. Определение спектрального диапазона измерений

Линии пропускания рабочего эталона, см^{-1}	Измерено $\bar{\nu}_k$, см^{-1}	Результат (уд./неуд.)
3082±10		
3060±10		
2849±10		
1943±10		
1802±10		
1601±10		
1154±10		
1028±10		
841±10		
540±10		

2. Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

$\nu_{k,\text{эт}}$, см^{-1}	ν_{ik} , см^{-1}	$\Delta\nu_{ik}$, см^{-1}	Допускаемое значение, см^{-1} , не более	Результат (уд./неуд.)
			± 1,0	

Примечание - Обозначения в соответствии с п.10.2.1 Методики поверки

3. Определение отношения сигнал/шум

Измерено	Среднее значение	Допускаемое значение, не менее	Результат (уд./неуд.)

МП-242-2596-2024

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____

(Подпись, расшифровка подписи)