

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



Фурье-спектрометры инфракрасные ФСМ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1460-2012

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 М.А. Мешалкин

С.-Петербург
2012

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные ФСМ модификации ФСМ 1201, ФСМ 2201, ФСМ 1202, ФСМ 2202, ФСМ 2203, ФСМ 2211, выпускаемые ООО «Инфраспек» по ТУ-4434-001-82256433-10 и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки.

При проведении поверки должны выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
			первичная	периодическая
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	да	да
2	Опробование фурье-спектрометра	6.2	да	да
3	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4	Определение среднеквадратичного отклонения сигнала 100% пропускания	6.3	да	да
5	Проверка отклонения сигнала 100% пропускания от номинального значения	6.5	да	да
6	Проверка линейности шкалы системы регистрации	6.6	да	да
7	Проверка спектрального разрешения	6.7	да	да
8	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.8	да	да

2. Средства поверки.

2.1. Образец пленки полистирола толщиной от 25 до 30 мкм ГОСТ 20282-86.

2.2. Образец пленки полистирола толщиной от 75 до 90 мкм ГОСТ 20282-86.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение указанных в таблице 1. характеристик поверяемого фурье-спектрометра.

3. Условия поверки.

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- относительная влажность при температуре 25°C (от 20 до 80)%;
- атмосферное давление от 84 до 107 кПа;
- напряжение питающей сети (220 ± 22) В;
- частота питающей сети (50 ± 1) Гц.

Установка и подготовка фурье-спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных изме-

рений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

4. Требования безопасности.

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации.

5. Требования к квалификации поверителей.

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие методику поверки средства измерения.

Для получения данных необходимых для проведения поверки допускается участие оператора, работающего на приборе (под контролем поверителя).

6. Проведение поверки.

6.1. Внешний осмотр. При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности фурье-спектрометра технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Опробование фурье-спектрометра.

6.2.1. Перед опробованием фурье-спектрометра необходимо проделать следующие операции:

- включить питание фурье-спектрометра;
- осуществить прогрев прибора в течение 60 минут;
- провести юстировку интерферометра.

6.2.2. Записывают спектр пропускания пленки полистирола толщиной от 25 до 30 мкм (ФСМ 1201, ФСМ 1202, ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203) или толщиной от 75 до 90 (ФСМ 2211) мкм при следующих параметрах регистрации:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – от 400 до 7800 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) от 370 до 7800 см^{-1} (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203) и от 3700 до 12500 см^{-1} (ФСМ 2211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.2., если число и положение спектральных линий, записанных на регистрограмме, соответствуют контрольной записи, прилагаемой к фурье-спектрометру.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО).

Для определение номера версии (идентификационного номера) выполняют последовательности команд меню программы FСpec «Справка», «О программе...». В открывшемся окне приведены наименование ПО, идентификационное наименование ПО, номер версии (идентификационный номер) ПО.

Прибор считается выдержавшим поверку по п.6.3., если номер версии (идентификационный номер) ПО 4.0 или выше.

6.4. Определение среднеквадратического отклонения сигнала 100% пропускания.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – от 400 до 7800 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) от 370 до 7800 см^{-1} (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203) и от 3700 до 12500 см^{-1} (ФСМ 2211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Проводят регистрацию сигнала 100% пропускания (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются). С помощью операций меню программы *FSpec* определяют значение среднеквадратического отклонения сигнала 100% пропускания в интервале спектра от 2100 до 2200 см^{-1} для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 2201, ФСМ 1202, ФСМ 2202, ФСМ 2203 и в интервале спектра от 4500 до 4600 см^{-1} для модификации ФСМ 2211, соответственно.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.3., если определенное значение среднеквадратического отклонения сигнала 100% пропускания составляет не более 0,02% для ФСМ 1201, ФСМ 1202, ФСМ 2211 и 0,01% для ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203 в единицах пропускания.

6.5. Проверка отклонения сигнала 100% пропускания от номинального значения.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – от 400 до 7800 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) от 370 до 7800 см^{-1} (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203) и от 3700 до 12500 см^{-1} (ФСМ 2211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Провести регистрацию сигнала 100% пропускания (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются) с интервалом между измерениями спектра сравнения и пропускания в 5 минут. С помощью операций меню программы *FSpec* определяют средние значения пропускания для интервала спектра от 2100 до 2200 см^{-1} для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 2201, ФСМ 1202, ФСМ 2202, ФСМ 2203 и для интервала спектра от 4500 до 4600 см^{-1} для модификации ФСМ 2211.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.5., если отклонение сигнала 100% пропускания от номинального значения не превышает $\pm 0,5\%$ в единицах пропускания.

6.6. Проверка линейности шкалы системы регистрации.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – от 400 до 7800 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) от 370 до 7800 см^{-1} (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Проводят регистрацию спектра пропускания пленки полистирола толщиной от 70 до 90 мкм. Измеряют значения пропускания для линии поглощения полистирола: 2922 см^{-1} .

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.6., если величина пропускания (уровень псевдорассеянного света) не выходит за пределы $\pm 0,2\%$ в единицах пропускания. Для ФСМ 2211 параметр не нормируется.

6.7. Проверка спектрального разрешения фурье-спектрометра.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;

- спектральный диапазон – от 400 до 7800 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) от 370 до 7800 см^{-1} (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203) и от 3700 до 12500 см^{-1} (ФСМ 2211);
- разрешение в зависимости от модификации: 1,0 см^{-1} для ФСМ 2201, 0,5 см^{-1} для ФСМ 2202, 0,1 см^{-1} для ФСМ 2203 и 2,0 см^{-1} для ФСМ 2211, соответственно.

Записывают спектр интенсивности без установки образца в кюветном отделении. С помощью операций меню программы *FSpec* определяют ширину на уровне 0,5 от максимальной интенсивности следующих спектральных линий паров воды в атмосфере:

1404,99 и 1889,57 см^{-1} – для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 2201, ФСМ 1202, ФСМ 2202, ФСМ 2203;

3701,81 и 3886,08 см^{-1} – для модификации ФСМ 2211.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.7., если для указанных точек спектрального диапазона определенное значение ширины линии на уровне 0,5 от максимальной интенсивности не превышает 1,4 см^{-1} для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 2201, 0,8 см^{-1} для модификации ФСМ 1202, ФСМ 2202, 0,14 см^{-1} для модификации ФСМ 2203, и 2,4 см^{-1} для модификации ФСМ 2211, соответственно.

6.8. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – от 400 до 7800 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) от 370 до 7800 см^{-1} (ФСМ 2201, ФСМ 2202, ФСМ 2203) и от 3700 до 12500 см^{-1} (ФСМ 2211);
- разрешение в зависимости от модификации: 1,0 см^{-1} для ФСМ 2201, 0,5 см^{-1} для ФСМ 2202, 0,1 см^{-1} для ФСМ 2203 и 2,0 см^{-1} для ФСМ 2211, соответственно.

Записывают спектр интенсивности без установки образца в кюветном отделении.

Определяют положение следующих спектральных линий паров воды в атмосфере:

1404,99 и 1889,57 см^{-1} – для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 2201, ФСМ 1202, ФСМ 2202, ФСМ 2203;

3701,81 и 3886,08 см^{-1} – для модификации ФСМ 2211.

Определяют по шкале волновых чисел положение максимумов, соответствующих указанным линиям поглощения паров воды в атмосфере, и для каждой линии находят разность:

$$\Delta\nu = \nu_i - \nu_{0i},$$

где ν_i – измеренное значение волнового числа, соответствующего максимуму спектральной линии;

ν_{0i} – действительное значение волнового числа.

За абсолютную погрешность градуировки волновых чисел принимают наибольшее значение $\Delta\nu$ для указанных точек спектрального диапазона соответствующих модификаций фурье-спектрометров ФСМ.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.8., если определенное значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает $\pm 0,05 \text{ см}^{-1}$ для ФСМ 1201, ФСМ 2201, ФСМ 1202, ФСМ 2202, $\pm 0,02 \text{ см}^{-1}$ для ФСМ 2203 и $\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$ для ФСМ 2211, соответственно.

7. Оформление результатов поверки.

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении).

7.2. В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке.

7.3. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности фурье-спектрометра.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемый прибор: фурье-спектрометр инфракрасный ФСМ _____,
 заводской № _____, выпущенный (отремонтированный) _____
 (дата выпуска или ремонта)
 принадлежащий _____
 (предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

2. Условия проведения поверки:

Температура окружающего воздуха, °C _____

Относительная влажность, % _____

Атмосферное давление, кПа _____

3. Средства поверки:

Образец пленки полистирола толщиной от 25 до 30 мкм ГОСТ 20282-86.

Образец пленки полистирола толщиной от 75 до 90 мкм ГОСТ 20282-86.

4. Методика поверки МП-242-1460-2012

5. Результаты поверки:

№	Наименование операции (параметра)	Номер пункта методики	Допускаемое значение параметра	Измеренное значение параметра
1	Внешний осмотр	6.1	соответствие требова- ниям методики	
2	Опробование прибора	6.2	соответствие требова- ниям методики	
3	Проверка соответствия ПО идентификационному номеру	6.3	версия 4.0 или выше	
4	Определение среднеквадра- тичного отклонения сигнала 100% пропускания	6.4	в зависимости от мо- дификации по п.6.4	
5	Проверка отклонения сигнала 100% пропускания от номи- нального значения	6.5	±0,5%	
6	Проверка линейности шкалы системы регистрации	6.6	в зависимости от мо- дификации по п.6.6	
7	Проверка спектрального раз- решения	6.7	в зависимости от мо- дификации по п.6.7	
8	Определение абсолютной по- грешности шкалы волновых чисел	6.8	в зависимости от мо- дификации по п.6.8	

Поверитель:

Дата: