

УТВЕРЖДАЮ



Руководитель ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Ханов
Н.И.Ханов

25 августа 2014 г.

Фурье-спектрометры инфракрасные

моделей 4100 ExoScan FTIR, 4200 FlexScan FTIR, 4300
HandHelp FTIR, 4500 Series FTIR, 5500 Series FTIR

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1747-2014

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

Л. А. Конопелько
Л. А. Конопелько

Ст.научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

М.А.Мешалкин
М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург

2014

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные FTIR (моделей 4100 ExoScan FTIR, 4200 FlexScan FTIR, 4300 HandHelp FTIR, 4500 Series FTIR, 5500 Series FTIR), далее по тексту – спектрометры и устанавливает методы и средства их первичной (после ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверок. Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться 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 отношения сигнал/шум	6.4	да	да
5.	Определение отклонения линии 100 %-ного пропускания от номинального значения	6.5	да	да
6.	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.7	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Термометр ТЛ-2-4-Б2 по ГОСТ 28498-90. Диапазон измерений 0 – 50 °C, цена деления 0,1 °C.
2. Барометр-анероид М-110 ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ).
3. Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ).
- 4 Образец пленки полистирола толщиной от 30 до 70 мкм по ГОСТ 12998-85.

Допускается применение других средств с метрологическими характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в РФ в установленном порядке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие методику поверки и имеющие навык работы с прибором.

Для получения данных, необходимых для поверки, опускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	от 15 до 30 °C;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха (при 25 °C)	не более 95 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² ₋₃₃) В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

4.2 Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

4.3 Механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) и отклонения от рабочего положения не допускаются.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- Для моделей 4100, 4200, 4300 установите оптический интерфейс внешнего отражения (**External Reflectance**). При отсутствии данного оптического интерфейса используйте интерфейс угла скольжения (**Grazing Angle**) или интерфейс ослабленного общего отражения (**ATR**). При поверке не пользуйтесь оптическим интерфейсом диффузионного отражения (**Diffuse Reflectance**).
- На приборах 4500, 5500 оснащенных оптическим интерфейсом переключаемого пути для жидкостей (**DialPath**) используйте позиции с длиной оптического пути 100 мкм
- При проведении поверки подсоединить прибор к персональному компьютеру USB кабелем и использовать программное обеспечение MicroLab PC. Используйте при поверке внешний блок питания.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

6.2.1. Перед опробованием необходимо проделать следующие операции:

- включить питание фурье-спектрометра;

- осуществить прогрев прибора в течение 30 минут;
- отрегулировать оптимальный уровень энергии (**Gain Adjust**) следуя инструкциям руководства по эксплуатации прибора.

6.2.2. Записать спектр пропускания пленки полистирола при следующих параметрах регистрации:

- число сканов – 140;
- спектральный диапазон $4000\text{-}650 \text{ см}^{-1}$ ($5000 - 1100 \text{ см}^{-1}$ для модели 4300 Handheld FTIR с детектором MCT);
- разрешение $4,0 \text{ см}^{-1}$.

Спектрометр считается прошедшим опробование, если число и положение спектральных линий соответствуют контрольной записи, полученной при вводе прибора в эксплуатацию (или при первичной поверке).

6.3. Проверка соответствия ПО MicroLab

6.3.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения. Определение осуществляется следующим образом:

6.3.1.1. В случае использования ПО MicroLab PC в главном окне программы щелкнуть мышью на вкладыш внизу экрана с надписью **Advanced Features**, в открывшемся окне выбрать строку с надписью **System Diagnostics** и щелкнуть по ней мышью в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии.

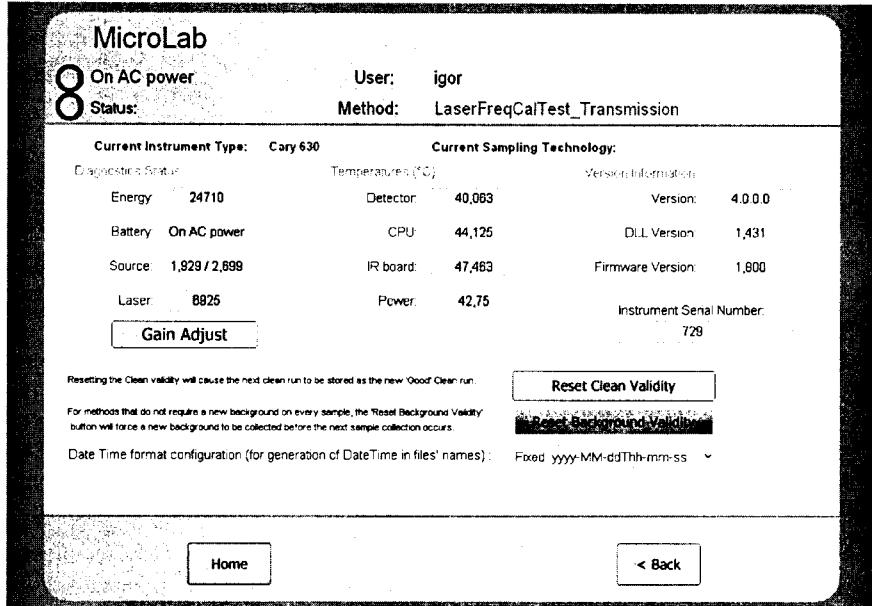


Рис.1 Окно с номером версии ПО MicroLab PC.

6.3.1.2. В случае использования ПО MicroLab Mobile в главном окне программы выберете вкладыш с надписью **Advanced Features**, в открывшемся окне следует выбрать вкладыш с надписью **Diagnostics**, в открывшихся страницах выберете страницу **Version Info**, в ней будет приведена информация о версии ПО. Копия экрана с окном приведена на рисунке 2.

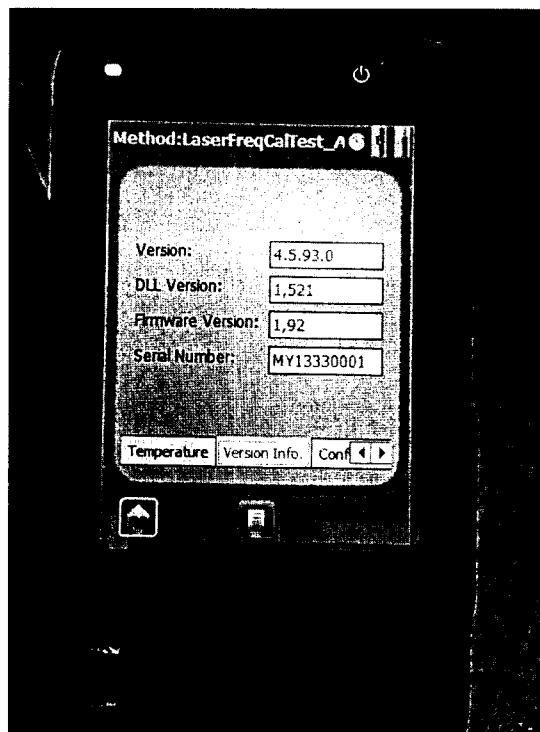


Рис.2 Окно с номером версии ПО MicroLab Mobile.

6.3.2. Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3.1 если номер версия ПО лежит в диапазоне от 4.5. до 9.9. Версия может содержать дополнительные цифровые и буквенные суффиксы

6.4. Определение отношения сигнал/шум

6.4.1. Для определения сигнал/шум спектрометра

Для выполнения определения выполните следующие команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,
- затем выберете раздел **System Check**.
- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Performance (Signal-to-noise)**
- установите в окне количество тестов 1 (**Number of test**).
- запустите тест на выполнение (**Next**).

По окончанию теста в отчете необходимо найти информацию о результатах теста
Сигнал/Шум –**SNR**.

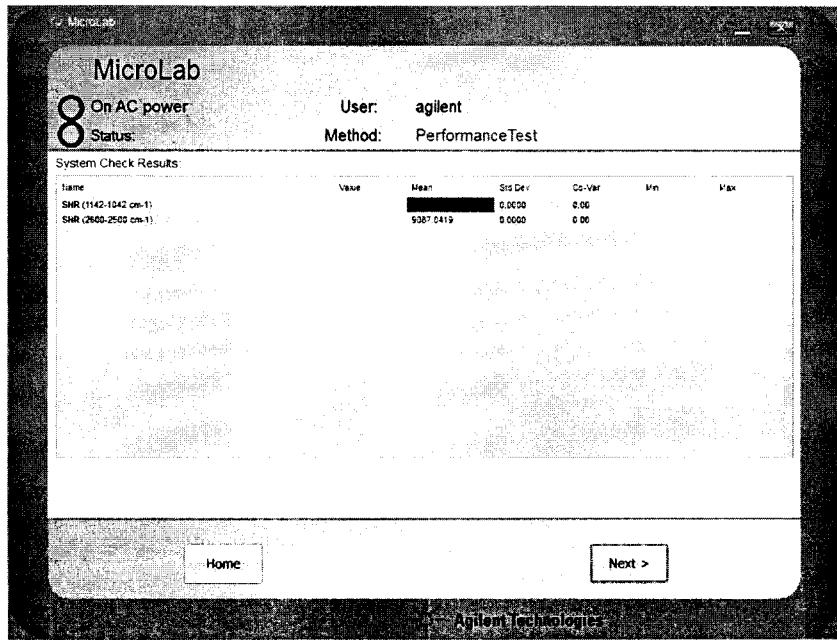


Рис.2. Пример окна отчета теста на отношение сигнал/шум.

Задачи

6.4.2. Величина SNR ($1142\text{-}1042\text{ см}^{-1}$) должна быть не менее 2800 для оптических интерфейсов отражения/скольжения (External Reflectance/ Grazing Angle), 6000 для интерфейсов ослабленного общего отражения (ATR), 6000 для интерфейсов пропускания (DialPath, TumbIIR или 100 um-Lubrication).

6.4.3. Величина SNR ($2600\text{-}2500\text{ см}^{-1}$) не должна быть менее 1500 для интерфейсов отражения/скольжения (External Reflectance/ Grazing Angle), 2 500 для интерфейсов ослабленного общего отражения (ATR), 2 500 для интерфейсов пропускания (DialPath, TumbIIR или 100 um-Lubrication) .

6.5. Определение отклонения линии 100 %-ного пропускания от номинального значения за 30 минут (кратковременная стабильность)

6.5.1. При определении в автоматическом режиме проводятся периодические измерения (раз в минуту) сигнала пустой пробы (Blank) в течении 30 минут и рассчитывается максимальное отклонения сигнала.

Определение проводится на двух длин волн:

точка 1 – 1000 см^{-1}

точка 2 – 3000 см^{-1}

6.5.2. Выполнить команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,
- затем выберете раздел **System Check**.
- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Stability Test**

- запустите тест на выполнение (Next).

Максимальное отклонение пропускания не должно превышать:

Для точки 1, не более $\pm 1\%$.

Для точки 2, не более $\pm 2\%$.

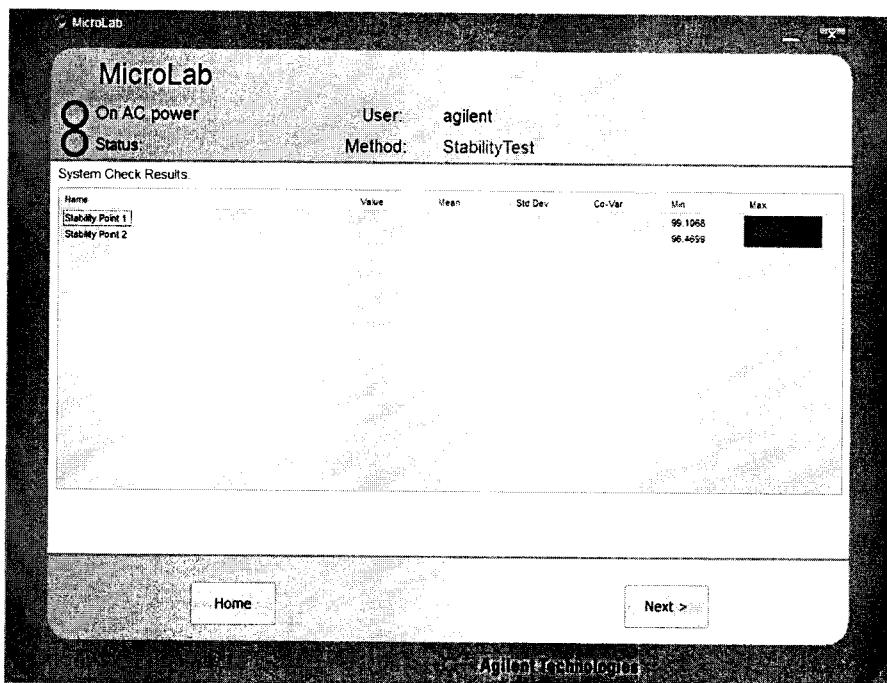


Рис.3. Пример окна результата теста на стабильность.

6.6. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

6.6.1. Установить в интерфейс прибора пленку полистирола

6.6.2. Выполнить команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,
- затем выберете раздел **System Check**.
- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Laser frequency calibration test**
- запустите тест на выполнение (**Next**).

После прохождения теста на экране появляется таблица, показанная на рис.4.

6.6.3. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.6.2, если значение погрешности (указана в столбце 3 окна результатов) не превышает $\pm 2,0 \text{ см}^{-1}$, для оптических интерфейсов ATR и $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$ для остальных интерфейсов.

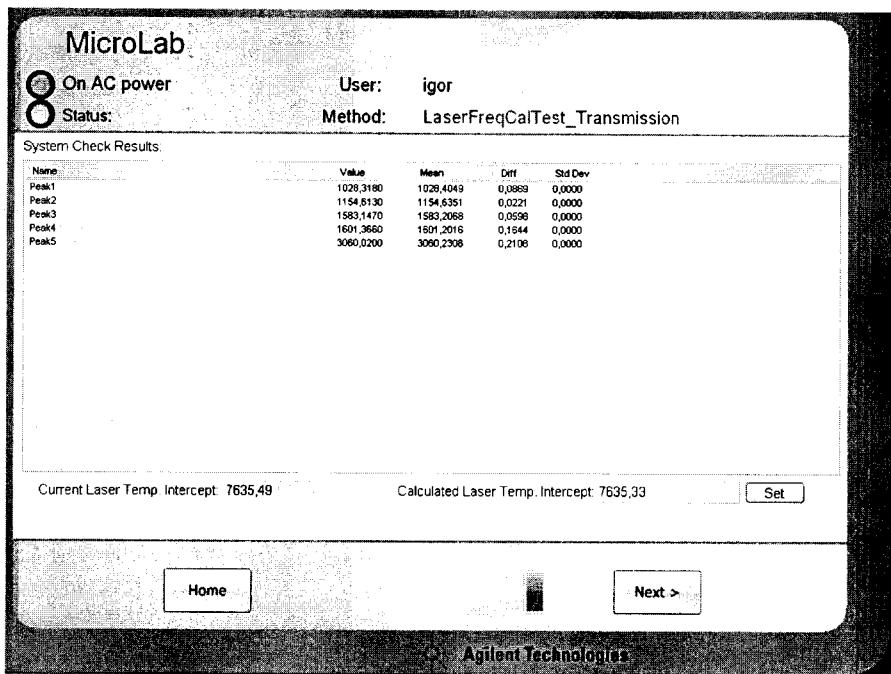


Рис.4. Пример окна результата теста на абсолютную погрешность шкалы волновых чисел.

7. Оформление результатов поверки

- 7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведении в Приложении 1).
- 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

Поверяемый прибор: фурье-спектрометр инфракрасный модель _____
 заводской № _____,
 выпущенный (отремонтированный) _____
 (дата выпуска или ремонта)

Принадлежащий _____
 ИНН владельца _____
 Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха ____ °C;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Документ, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

Результаты поверки

№	Наименование операции (параметра)	Номер пункта методики	Допускаемое значение параметра	Измеренное значение параметра
1.	Внешний осмотр	6.1	соответствие требованиям методики	
2.	Опробование прибора	6.2.2	соответствие требованиям методики	
3.	Определение отношения сигнал/шум	6.4.2		
4.	Определение отклонения линии 100 %-ного пропускания от номинального значения за 30 минут кратковременная стабильность)	6.5.1		
5.	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел Δv , см ⁻¹	6.6.3		

Руководитель:

Поверитель:

Дата: