

Приложение А
к Руководству по эксплуатации
"Фурье-спектрометры инфракрасные
фирмы "Nicolet", США"

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ГЦИ СИ
ГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



В. С. Александров

"25" _____ 2000 г.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Фурье-спектрометров инфракрасных
модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP, Avatar
360N, Nexus, Nexus 870, FT Raman 960 ESP, ECO 1000
фирмы "Nicolet", США.

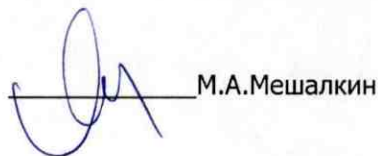
МП 5-2000

Гр. 17278-00

Руководитель лаборатории
Государственных эталонов
в области аналитических измерений
ГЦИ СИ ГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 Л. А. Конопелько

Ст. научный сотрудник
ГЦИ СИ ГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 М. А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2000

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP, Avatar 360N, Nexus, Nexus 870, FT Raman 960 ESP, ECO 1000, изготавливаемые фирмой "Nicolet", США и устанавливает методы и средства первичной (при вводе в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверок. Межповерочный интервал - 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	Проверка электрической прочности и сопротивления изоляции	6.2	да	нет
3	Опробование фурье-спектрометра	6.3	да	да
4	Определение отношения сигнал/шум	6.4	да	да
5	Проверка отклонения линии 100 % пропускания от номинального значения	6.5	да	да
6	Проверка уровня псевдорасеянного света (линейности системы регистрации)	6.6	да	нет
7	Проверка спектрального разрешения	6.7	да	да
8	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.8	да	да

2. Средства поверки.

2.1. Прибор для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10, ОН0972029.

2.2. Мегомметр М4101/3 ТУ26-04-2130.

2.3. Образец пленки полистирола толщиной 38,1-76,2 мкм по ГОСТ 20282-86.

Допускается применение пленки полистирола, поставляемой изготовителем в комплекте прибора и других средств поверки, обеспечивающих определение указанных в таблице 1 характеристик поверяемого фурье-спектрометра.

Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. Условия поверки.

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- относительная влажность не более 60 %;
- атмосферное давление 84 - 107 кПа;
- напряжение питающей сети (220 ± 22) В;
- частота питающей сети (50 ± 1) Гц.

Установка и подготовка фурье-спектрометров к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

4. Требования безопасности.

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

При выполнении поверки должны соблюдаться "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденные Госэнергонадзором 21.12.1984 г.

5. Требования к квалификации поверителей.

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации поверяемого Фурье-спектрометра и методику его поверки;
- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1 согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденным Госэнергонадзором 21.12.1984 г.

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. Проверка электрической прочности и сопротивления изоляции.

Визуальным путем проверяют наличие заземляющего вывода и знака заземления на корпусе фурье-спектрометров.

6.2.1. Проверка электрической прочности изоляции. Электрическую прочность изоляции проверяют с помощью прибора для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10 в соответствии с инструкцией на этот прибор в следующей последовательности:

- отключают фурье-спектрометр от сети ;
- устанавливают переключатель "Сеть" в положение "Включено";
- подключают прибор УПУ-10 одним концом к заземляющему выводу, а другим концом - одновременно к обоим выводам вилки сетевого провода;
- включают прибор УПУ-10 и плавно в течение 5-10 с повышают напряжение от 0 до 1500 В, сохраняют это напряжение в течение 1 мин, затем плавно в течение 5-10 с снижают напряжение до нуля и выключают прибор УПУ-10.

Прибор считается выдержавшим испытание по п. 6.2.1, если в процессе испытания не должно быть пробоя и поверхностного перекрытия изоляции в блоках фурье-спектрометра.

6.2.2. Проверка сопротивления изоляции. Сопротивление изоляции между цепями сетевого питания и корпусом фурье-спектрометров проверяют мегомметром М4101/3 согласно инструкции на этот прибор в следующей последовательности:

- отключают фурье-спектрометр от сети;
- кнопку "Сеть" переводят во включенное состояние;
- подключают один вывод мегомметра М4101/3 к заземляющему выводу фурье-спектрометра, а другой - поочередно к контактам вилки сетевого кабеля фурье-спектрометра и при каждом подключении измеряют сопротивление изоляции.

Фурье-спектрометр считается выдержавшим испытания по п. 6.2.2, если сопротивление изоляции не менее 40 МОм.

6.3. Опробование фурье-спектрометров.

6.3.1. Перед опробованием фурье-спектрометров необходимо проделать следующие операции:

- включить питание фурье-спектрометра;
- осуществить прогрев прибора в течение 60 минут;

6.3.2. Для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP, Nexus, Nexus 870 записывают спектр пропускания пленки полистирола при следующих параметрах регистрации:

- число сканов - 20;
- спектральный диапазон – 7400-350 см⁻¹ (для модификаций Nexus, Nexus 870); 7400-375 см⁻¹ (для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP)
- разрешение 4,0 см⁻¹.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.3., если число и положение спектральных линий, записанных на регистрограмме, соответствуют контрольной записи, прилагаемой к фурье-спектрометру.

6.3.3. Для модификации Avatar 360N записывают спектр пропускания пустого канала. Прибор считается прошедшим поверку по п.6.3. если на спектрограмме регистрируются полосы поглощения воды в области 7304 - 7306 см⁻¹.

6.3.4. Для модификаций FT Raman 960 ESP, ECO 1000 проводится регистрация сигнала нулевой линии во всей рабочей спектральной области прибора. Прибор считается прошедшим опробование если на нулевой линии не имеется выбросов.

6.4. Определение отношения сигнал/шум.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;
- разрешение 4,0 см⁻¹.
- спектральный диапазон – 7400-350 см⁻¹ (для модификаций Nexus, Nexus 870); 7400-375 см⁻¹ (для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP); 10000-4000 см⁻¹ (для модификации Avatar 360N).

Проводят регистрацию линии 100 % пропускания (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются). С помощью операций меню управляющей программы определяют наибольшие отклонения регистрируемого сигнала линии 100% пропускания (как в сторону >100%, так и в сторону <100%) в области спектра 4950-5050 см⁻¹ для модификации Avatar 360N и в области спектра 1950-2050 см⁻¹ для модификаций Nexus, Nexus 870, Avatar 320ESP, Avatar 360ESP. По формуле (1) определяют отношение сигнал/шум

$$N_{с/\omega} = \frac{100}{|\Delta_{m-}| + |\Delta_{m+}|} \quad (1)$$

где Δ_{m-} - максимальное отклонение от линии 100 % в сторону уменьшения пропускания;

Δ_{m+} максимальное отклонение от линии 100 % в сторону увеличения пропускания.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4., если определенное значение сигнал/шум ($N_{с/ш}$) не менее указанного в таблице 2.

Таблица 2

Модификация фурье-спектрометра	Отношение сигнал/шум
Avatar 360N	21500/1
Nexus	33000/1
Nexus 870	33000/1
Avatar 320 ESP	13000/1
Avatar 360 ESP	15000/1

6.4.1. Для модификаций FT Raman 960 ESP, ECO 1000 вместо отношения сигнал/шум определяется уровень шума нулевой линии.

Проводят регистрацию линии нулевой линии в области спектра 15000-7000 см^{-1} для модификации FT Raman 960 ESP; 4800-400 см^{-1} для модификации ECO 1000. С помощью операций меню управляющей программы определяют наибольшие отклонения регистрируемого сигнала нулевой линии (как в сторону >0 , так и в сторону <0) в области спектра 7950-7850 см^{-1} для модификации FT Raman 960 ESP и в области спектра 1950-2050 см^{-1} для модификации ECO 1000. По формуле (1) определяют уровень шума нулевой линии

$$N_{ш} = |\Delta_{m-}| + |\Delta_{m+}| \quad (1)$$

где Δ_{m-} - максимальное отклонение нулевой линии номинального значения в сторону уменьшения;

Δ_{m+} максимальное отклонение нулевой линии номинального значения в сторону увеличения.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4.1, если определенное значение уровня шума превышает значения, указанного в техническом описании на прибор.

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

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;

спектральный диапазон 7400-350 см^{-1} (для модификаций Nexus, Nexus 870);
7400-375 см^{-1} (для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP);

10000-4000 см^{-1} (для модификации Avatar 360N);

- разрешение - 4,0 см^{-1} ;

Провести регистрацию линии 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 управляющего программного обеспечения определяют средние значения пропускания в области спектра 1950-2050 см^{-1} (для модификаций Nexus, Nexus 870, Avatar 320ESP, Avatar 360ESP) и области спектра 4950-5050 см^{-1} (для модификации Avatar 360N). Прибор считается

прошедшим поверку по п. 6.5., если абсолютное отклонение линии 100% пропускания от номинального значения не превышает $\pm 0,5 \%$.

6.5.1. Для модификаций FT Raman 960 ESP, ECO 1000 вместо отклонения линии 100 % пропускания от номинального значения проводится определение относительного отклонения нулевой линии от номинального значения. Выполняют регистрацию нулевой линии в области спектра $15000-7000 \text{ см}^{-1}$ для модификации FT Raman 960 ESP; $4800-400 \text{ см}^{-1}$ для модификации ECO 1000 с интервалом между измерениями в 5 минут. С помощью операций меню управляющей программы определяют средние значения пропускания в области спектра в области спектра $7950-7850 \text{ см}^{-1}$ для модификации FT Raman 960 ESP и в области спектра $1950-2050 \text{ см}^{-1}$ для модификации ECO 1000. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.5.1, если относительное отклонение нулевой линии от номинального значения не превышает 1%.

6.6. Определение уровня псевдорассеянного света (линейности шкалы системы регистрации).

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;

спектральный диапазон $7400-350 \text{ см}^{-1}$ (для модификаций Nexus, Nexus 870); $7400-375 \text{ см}^{-1}$ (для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP);

- разрешение - $4,0 \text{ см}^{-1}$.

Проводят регистрацию спектра пропускания пленки полистирола. Измеряют значения пропускания для линии поглощения полистирола 697 см^{-1} .

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.6., если абсолютная величина пропускания (уровень положительного и отрицательного псевдорассеянного света) не превышает $\pm 0,070 \%$.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.6., если абсолютная величина пропускания (уровень положительного и отрицательного псевдорассеянного света) не превышает $\pm 0,10 \%$.

6.7. Проверка спектрального разрешения фурье-спектрометров.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

спектральный диапазон $7400-350 \text{ см}^{-1}$ (для модификаций Nexus, Nexus 870); $7400-375 \text{ см}^{-1}$ (для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP);

$10000-4000 \text{ см}^{-1}$ (для модификации Avatar 360N);

- разрешение в зависимости от модификации – $2,0 \text{ см}^{-1}$ для Avatar 360N; $1,0 \text{ см}^{-1}$ для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP; $0,5 \text{ см}^{-1}$ для Nexus и $0,2 \text{ см}^{-1}$ для Nexus 870.

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

$1404,99$ и $1889,57 \text{ см}^{-1}$ для модификаций Nexus, Nexus 870, Avatar 320ESP, Avatar 360ESP;

$7306,74 \text{ см}^{-1}$ для модификации Avatar 360N.

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:

- $2,5 \text{ см}^{-1}$ для модификации Avatar 360N;

- $1,5 \text{ см}^{-1}$ модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP

- $0,8 \text{ см}^{-1}$ для модификации Nexus;

- $0,3 \text{ см}^{-1}$ для модификации Nexus 870.

6.8. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;

-спектральный диапазон $7400\text{--}350\text{ см}^{-1}$ (для модификаций Nexus, Nexus 870);
 $7400\text{--}375\text{ см}^{-1}$ (для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP);
 $10000\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ (для модификации Avatar 360N);
 - разрешение в зависимости от модификации – $2,0\text{ см}^{-1}$ для Avatar 360N; $1,0\text{ см}^{-1}$ для модификаций Avatar 320ESP, Avatar 360ESP; $0,5\text{ см}^{-1}$ для Nexus и $0,2\text{ см}^{-1}$ для Nexus 870, соответственно.

Записывают спектр интенсивности без установки образца в кюветном отделении.

Определение проводят по положению на шкале волновых чисел спектральных линий паров воды в атмосфере, для которых известны действительные (расчетные) значения (ν_{oi}):

$1404,99$ и $1889,57\text{ см}^{-1}$; $3701,81$ и $3886,08\text{ см}^{-1}$ (для модификаций Nexus и Nexus 870);

$7306,74\text{ см}^{-1}$ для модификации Avatar 360N.

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

$$\Delta\nu = \nu_i - \nu_{oi},$$

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

ν_{oi} - действительное значение волнового числа.

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

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.8., если определенное значение абсолютной погрешности градуировки волновых чисел не превышает $\pm 0,015\text{ см}^{-1}$ (для модификации Avatar 360N) $\pm 0,01$ (для модификаций Nexus, Nexus 870, Avatar 320ESP, Avatar 360ESP).

7. Оформление результатов поверки.

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена 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.

Приложение 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

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

принадлежащего _____
(предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

2. Результаты поверки

№	Наименование операции (параметра)	Номер пункта методики	Допускаемое значение параметра	Измеренное значение параметра
1	Внешний осмотр	6.1	соответствие требованиям методики	
2	Проверка электрической прочности изоляции	6.2	отсутствие пробоя при напряжении 1500 В в течение 1 мин	
3	Проверка сопротивления изоляции	6.2	не менее 40 МОм	
4	Опробование прибора	6.3	соответствие требованиям методики	
5	Определение отношения сигнал/шум	6.4	в зависимости от модификации (табл.2)	
6	Проверка отклонения линии 100 % пропускания от номинального значения	6.5	$\pm 0,5 \%$	
7	Проверка линейности шкалы системы регистрации	6.6	в зависимости от модификации (табл.	
8	Проверка спектрального разрешения	6.7	в зависимости от модификации по п. 6.7	
9	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел; $\Delta \nu$, см ⁻¹	6.8	$\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$	

Поверитель:

Дата: