



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель руководителя ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

В. С. Александров

мая _____ 2006 г.

Фурье-спектрометры инфракрасные

(модели 380, 4700, 5700, 6700, 8700,
ECO/RS, NXR FT Raman, ECO 1000)

фирмы "Thermo Electron Corporation", США

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-0359-2006

пр. 14248-06

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

Л. А. Конопелько
29 мая 2006

Ст.научный сотрудник

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2006

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные моделей Nicolet (модели 380, 4700, 5700, 6700, 8700, ECO/RS, NXR FT Raman, ECO 1000), изготавливаемые фирмой “ Thermo Electron Corporation”, США и устанавливает методы и средства их 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 выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
			первичная	периодическая
	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	да	да
	Определение отношения сигнал/шум	6.2	да	да
	Проверка отклонения линии 100 % пропускания от номинального значения	6.3	да	да
	Проверка уровня псевдорасеянного света (линейности системы регистрации)	6.4	да	нет
	Проверка спектрального разрешения	6.5	да	да
	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.6	да	да

2. Средства поверки.

2.1. Образцы пленки полистирола толщиной 25 - 40 мкм (№1) и 70 –100 мкм (№2) по ГОСТ 12998-85.

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}_{-33}) 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.

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;

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-спектрометров.

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

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

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

- число сканов - 32;
- спектральный диапазон 4000-400 см^{-1} ;
- разрешение 4,0 см^{-1} .

Прибор считается прошедшим опробование, если число и относительное положение спектральных линий, записанных на регистрограмме, соответствуют контрольной записи, прилагаемой к фурье-спектрометру.

6.2.4. Для моделей NXR FT Raman, ECO 1000 проводится регистрация сигнала нулевой линии во всей рабочей спектральной области прибора. Прибор считается прошедшим опробование, если на нулевой линии не имеется выбросов.

6.3. Определение отношения сигнал/шум.

6.3.1. Для моделей 380, 4700, 5700, 6700, 8700, ECO/RS провести регистрацию линии 100 % пропускания (спектр «пробы» с пустым кюветным отделением; образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются) при следующих параметрах:

число сканов - 36;

разрешение 4,0 см^{-1} ;

апертура 100 (если модификация прибора допускает изменение этого параметра);

аподизация треугольная;

скорость движения зеркала 0,63 см/с ;

спектральный диапазон - 4000-400 см^{-1} .

Для этого сначала регистрируют спектр сравнения (Background) с пустым кюветным отделением, затем, не меняя параметров, регистрируют спектр пробы (Sample), также с пустым кюветным отделением.

С помощью операций меню управляющей программы определяют максимальное ($T_{\max}$) и минимальное ($T_{\min}$) значение пропускания в области спектра 2100-2000 см^{-1} . По формуле (1) определяют отношение сигнал/шум:

$$N_{c/u} = \frac{100}{T_{\max} - T_{\min}} \quad (1)$$

где $T_{\max}$ - максимальное значение пропускания, $T_{\min}$ - минимальное значение пропускания. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4., если определенное значение сигнал/шум ($N_{c/u}$) не менее указанного в таблице 2.

Таблица 2

Модификация	Отношение сигнал/ шум
Nicolet 380	1500/1
Nicolet 4700	2000/1
Nicolet 5700	2000/1
Nicolet 6700	2000/1
Nicolet 8700	2000/1
Nicolet ECO RS	2000/1

6.3.1. Для моделей Nicolet NXR FT Raman и 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 Nicolet NXR FT Raman; 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 Nicolet NXR FT Raman и в области спектра 1950-2050 см^{-1} для модификации ECO 1000. По формуле (1) определяют уровень шума нулевой линии

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

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 не превышает значения для тестового спектра, приложенного к фирменной документации прибора.

6.4. Проверка отклонения линии 100 % пропускания от номинального значения

Установить следующие параметры регистрации спектров (для моделей 380, 4700, 5700, 6700, 8700, ECO/RS):

- число сканов - 20;
- спектральный диапазон 4000-400 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} . Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.5, если абсолютное отклонение линии 100% пропускания от номинального значения не превышает $\pm 0,5\%$.

6.4.1. Для моделей Nicolet NXR FT Raman и 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 см^{-1} для модификации Nicolet NXR FT Raman; 4800-400 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 см^{-1} для модификации Nicolet NXR FT Raman и в области спектра 1950-2050 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%.

6.5. Определение уровня псевдорассеянного света (характеристики линейности шкалы системы регистрации). Выполняется только для моделей 380, 4700, 5700, 6700, 8700, ECO/RS.

Выполняется с пленкой полистирола №2.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;

- спектральный диапазон 4000-400 см^{-1}
- разрешение - 4,0 см^{-1} .

Проводят регистрацию спектра пропускания пленки полистирола. Измеряют минимальное значение пропускания в области спектра $2922 \pm 4 \text{ см}^{-1}$.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.6., если величина пропускания (уровень положительного или отрицательного псевдорассеянного света) не превышает $\pm 0,1 \%$ относительно нулевой линии.

6.6. Проверка спектрального разрешения фурье-спектрометров (для моделей 380, 4700, 5700, 6700, 8700, ECO/RS).

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- спектральный диапазон 4000-400 см^{-1}
- разрешение максимальное для данной модификации прибора.
- аподизация Вохсаг (прямоугольная)

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 спектральной линии паров воды в атмосфере $1404,99 \text{ см}^{-1}$.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.7., если для указанной точки спектрального диапазона значение ширины линии на уровне 0,5 от максимальной интенсивности не превышает установленного значения спектрального разрешения.

6.8. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел (для моделей 380, 4700, 5700, 6700, 8700, ECO/RS).

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;
- спектральный диапазон 4000-400 см^{-1}
- разрешение — максимальное для данной модификации прибора.

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}): $1404,99 \text{ см}^{-1}$;

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 моделей фурье-спектрометров.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.8., если определенное значение абсолютной погрешности градуировки шкалы волновых чисел не превышает $\pm 1/2$ от установленного значения спектрального разрешения.

6.9 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел (для модели NXR FT Raman).

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;
- спектральный диапазон 4000-400 см^{-1}
- разрешение — максимальное для данной модификации прибора.

Записывают спектр пленки полистирола.

Определение проводят по положению на шкале волновых чисел спектральных линий полистирола, для которых известны действительные значения (ν_{oi}): $1002,8 \text{ см}^{-1}$, $1449,9 \text{ см}^{-1}$, $1603,9 \text{ см}^{-1}$;

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 моделей фурье-спектрометров.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.9., если определенное значение абсолютной погрешности градуировки шкалы волновых чисел не превышает $\pm 0,5$ от установленного значения спектрального разрешения

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.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

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

принадлежащий _____
(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	
4	Опробование прибора	6.2	соответствие требованиям методики	
5	Определение отношения сигнал/шум	6.3	1000:1	
6	Определение отклонения линии 100 % пропускания от номинального значения	6.4	$\pm 0,5 \%$	
7	Определение уровня псевдорассянного света (характеристики линейности шкалы системы регистрации)	6.5	$\pm 0,1 \%$	
8	Определение спектрального разрешения	6.6	Не хуже установленного спектрального разрешения	
9	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел; $\Delta\nu$, см^{-1}	6.7	0,5 от установленного спектрального разрешения	

Поверитель:

Дата: