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

_____ В. С. Александров

_____июля____ 2008 г.

Фурье-спектрометры инфракрасные
моделей
Nicolet iS10 и Nicolet iN10
фирмы
"Thermo Fisher Scientific", США.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-0731-2008

Рег. № 38812-08

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

_____Д.А.Конопелько

Старший научный сотрудник

_____М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2008

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные моделей Nicolet iS10 и Nicolet iN10, изготавливаемые фирмой "Thermo Fisher Scientific", 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 выполняются 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
	Опробование	6.3	да	да
	Определение отношения сигнал/шум	6.4	да	да
	Определение уровня псевдорассеянного света	6.5	да	нет
	Определение спектрального разрешения	6.6	да	да
	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.7	да	да

2 Средства поверки

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±5) °С;
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 указаниями, 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.

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 Записать спектр пропускания пленки полистирола толщиной 0,025÷0,040 мм при следующих параметрах регистрации:

- число сканов - 36;
- спектральный диапазон – 4000-400 $см^{-1}$
- разрешение 0,4 $см^{-1}$.

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

6.3 Определение отношения сигнал/шум.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 64;
- разрешение 0,4 $см^{-1}$.
- спектральный диапазон – 4000-400 $см^{-1}$.

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 1950-2050 $см^{-1}$. По формуле (1) определяют отношение сигнал/шум:

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

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. 6.3, если определенное значение сигнал/шум ($N_{с/ш}$) не менее указанного в таблице 2.

Таблица 2

Модель фурье-спектрометра	Отношение сигнал/шум
Nicolet iS10	10000
Nicolet iN10	2500

6.4 Определение уровня псевдорассеянного света.

Установить следующие параметры регистрации спектров):

- число сканов - 64;
- спектральный диапазон 4000-400 $см^{-1}$;
- разрешение – 0,4 $см^{-1}$.

Проводят регистрацию спектра пропускания пленки полистирола толщиной 70÷90 мкм. На графике с помощью операций меню управляющей программы определяют отклонения

регистрируемого сигнала линии 0% пропускания (как в сторону >0%, так и в сторону <0%) в области спектра в области спектра 2922±4 $см^{-1}$. За уровень псевдорассеянного света принимается наибольшее измеренное значение отклонения пропускания от нулевой линии.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.4, если уровень псевдорассеянного света не более указанного в таблице 3.

Таблица 3.

Модель фурье-спектрометра	Уровень псевдорассеянного света, %
Nicolet iS10	0,07
Nicolet iN10	0,1

6.5 Определение спектрального разрешения.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- спектральный диапазон 4000-400 $см^{-1}$
- разрешение максимальное для данной модификации прибора.
- аподизация Boxcar (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 $см^{-1}$.

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.5, если для указанной точки спектрального диапазона значение ширины линии на уровне 0,5 от максимальной интенсивности не превышает установленного значения спектрального разрешения.

6.6 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 64;
- спектральный диапазон 4000-400 $см^{-1}$;
- разрешение – 0,4.

Записывают спектр 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; 1889,57 $см^{-1}$; 3701,81; 3886,08 $см^{-1}$.

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

$$\Delta\nu = \nu_i - \nu_{oi} \qquad (2)$$

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.6.6, если определенное значение абсолютной погрешности градуировки волновых чисел не превышает ±½ 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.

Приложение 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

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

Принадлежащий _____
(предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

ИНН владельца_____

2. Результаты поверки

	Наименование операции (параметра)	Номер пункта методики	Допускаемое значение параметра	Измеренное значение параметра
	Внешний осмотр	6.1	соответствие требованиям методики	
	Опробование	6.3	соответствие требованиям методики	
	Определение отношения сигнал/шум	6.4	в зависимости от модели	
	Определение уровня псевдорассеянного света	6.6	в зависимости от модели	
	Определение спектрального разрешения	6.7	в зависимости от модели	
	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел; $\Delta\nu$, $см^{-1}$	6.8	±½ установленного значения спектрального разрешения	

Поверитель: Дата:

Приложение 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

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

Принадлежащий _____
(предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

ИНН владельца_____

2. Результаты поверки

	Наименование операции (параметра)	Номер пункта методики	Допускаемое значение параметра	Измеренное значение параметра
	Внешний осмотр	6.1	соответствие требованиям методики	
	Опробование	6.3	соответствие требованиям методики	
	Определение отношения сигнал/шум	6.4	в зависимости от модели	
	Определение уровня псевдорассеянного света	6.6	в зависимости от модели	
	Определение спектрального разрешения	6.7	в зависимости от модели	
	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел; $\Delta\nu$, $см^{-1}$	6.8	±½ установленного значения спектрального разрешения	

Поверитель: Дата: