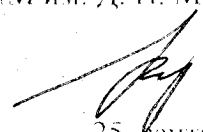


**УТВЕРЖДАЮ**  
Руководитель ГЦИ СИ  
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

  
Н.И. Ханов  
25 сентября 2012 г.

Фурье-спектрометры инфракрасные моделей  
Nicolet iS50, Nicolet iS50R  
фирмы  
"Thermo Fisher Scientific", США.

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**  
МП 242-1424-2012

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

  
И.А. Конопелько

Старший научный сотрудник

  
М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург  
2012

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные моделей Nicolet iS50, Nicolet iS50R, 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. 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 |
|  | Внешний осмотр, проверка комплектности                   | 6.1                   | да                                         | да            |
|  | Опробование                                              | 6.2                   | да                                         | да            |
|  | Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) | 6.3                   | да                                         | да            |
|  | Определение отношения сигнал/шум                         | 6.4                   | да                                         | да            |
|  | Определение уровня псевдорассеянного света               | 6.5                   | да                                         | нет           |
|  | Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел  | 6.6                   | да                                         | да            |

### 2 Средства поверки

| Наименование средства поверки                                                    | Наименование документа на средство поверки                        |
|----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|
| Образцы пленки полистирола толщиной от 25 до 40 мкм (№1) и от 70 до 100 мкм (№2) | ГОСТ 12998-85                                                     |
| Термометр лабораторный ТЛ4-Б2                                                    | ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)°С, цена деления 0,1°С. |
| Барометр-анероид М-110                                                           | ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ).                  |
| Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М                                      | ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ).                |

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

### 3 Условия поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха: (22±2) °С;

|                           |                                         |
|---------------------------|-----------------------------------------|
| относительная влажность:  | не более 60 %;                          |
| атмосферное давление:     | от 84 до 107 кПа;                       |
| напряжение питающей сети: | (220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub> ) В; |
| частота питающей сети:    | (50 <sup>+1</sup> ) Гц.                 |

#### 4 Требования безопасности

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

#### 5 Требования к квалификации поверителей

5.1. К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие методику поверки.

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

#### 6 Проведение поверки

##### 6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- 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 фурье-спектрометров

6.2.1 Перед опробованием фурье-спектрометров необходимо сделать следующие операции:

- включить питание фурье-спектрометра;
- осуществить прогрев прибора в течение 60 минут;
- запустить программу OMNIS на управляющем компьютере;
- убедиться, что индикатор состояния прибора в правом верхнем углу окна программы имеет вид значка зеленого цвета с «галочкой» (рис.1)

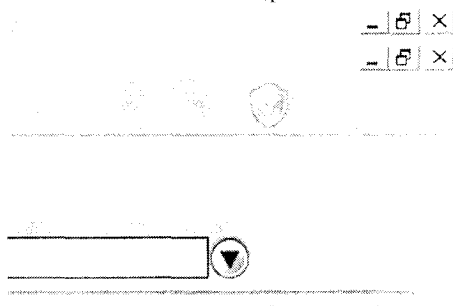


Рис.1 Индикатор состояния спектрометра

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

- число сканов - 32;

- спектральный диапазон  $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$
- разрешение  $4.0\text{ см}^{-1}$ .

Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.2., если число и положение спектральных линий, записанных на регистрограмме, соответствуют спектру absorb.spr, автоматически устанавливаемому при установке программы OMNIC.

При отсутствии диапазона  $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$  в комплектации спектрометра прибор считается прошедшим поверку по п. 6.2., если индикатор состояния прибора соответствует указанному в п. 6.2.1.

### 6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде "Help". В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке About, в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Конция экрана с окном приведена на рисунке 2.

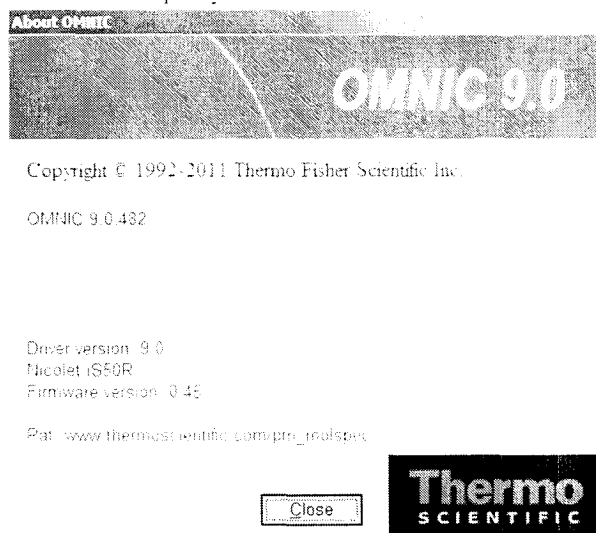


Рис.2 Окно с идентификационными данными ПО

Фурье-спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.1, если номер версии ПО соответствует номеру OMNIC 9.0 или является более поздним (первая цифра версии - 9 или больше).

### 6.4. Определение отношения сигнал/шум.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов  $40$ ;
- число сканов сравнения  $53$ ;
- разрешение  $4\text{ см}^{-1}$ ;
- спектральный диапазон  $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$ ;
- аподизация Blackman-Harris.

Провести регистрацию линии 100 % пропускания (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются).

При регистрации спектра необходимо убедиться, что в спектре линии 100% пропускания отсутствуют полосы поглощения атмосферных газов. Для этого в то же окно выводится однолучевой спектр сравнения (меню «Измерение-Просмотр спектра сравнения»). В спектре линии 100% пропускания не должно наблюдаться линий, коррелирующих с полосами атмосферных газов (Приложение 1). В случае наличия указанных полос поглощения необ-

ходимо плотно закрыть крышку кюветного отделения, выждать время, необходимое для стабилизации атмосферы в оптическом блоке и повторить измерение.

Провести измерения 10 раз, не открывая крышку кюветного отделения.

С помощью команды меню «Вид-Пределы» установить диапазон по волновым числам для измерения шума в области спектра 2100-2050  $\text{см}^{-1}$  (см. Рисунок 3).

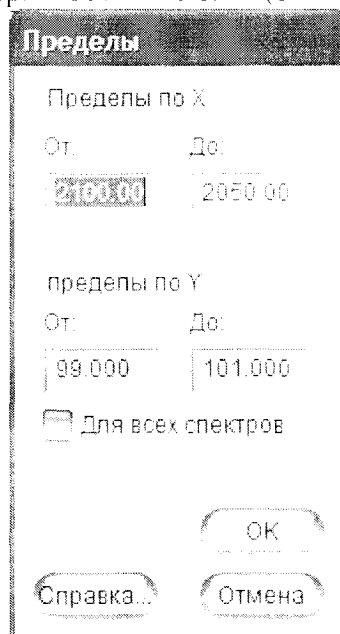


Рисунок 3

Для наглядности растянуть изображение по ординате с применением меню «Вид-На весь экран».

Для каждого спектра определить размах 100% линии в заданных (по волновому числу) пределах через меню «Анализ-Шум». При этом программой считается размах шума от минимального до максимального значения в заданных по волновому числу пределах (см. Рисунок 4).

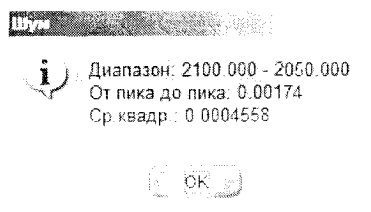


Рисунок 4

По формуле (1) определяют отношение сигнал/шум для каждого измеренного спектра:

$$\text{Nc/m}_i = \frac{100}{\Delta i} \quad (1)$$

где  $\Delta i$  - значение «Peak-to-peak» («От пика до пика») (в октах) линии, отнесенной к 100%.

Отношение сигнал/шум определяется как средняя величина из измеренных значений:

$$\text{Nc/m} = \sum (\text{Nc/m}_i) / i$$

где  $\text{Nc/m}_i$  -  $i$ -тое измеренное значение отношения сигнал/шум;  
 $i$  - количество измерений

Прибор считается прошедшим проверку по п. 6.4, если определенное значение сигнал/шум ( $N_{сш}$ ) ПП МПНПН приведенного в Таблице 2:

Таблица 2

| Условия измерений                                                                                                                           | Светоделитель/Детектор <sup>1</sup> |                          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|--------------------------|
|                                                                                                                                             | KBr/DTGS                            | XT-KBr/DTGS,<br>CsI/DTGS |
| С продувкой сухим газом, без окошек кюветного отделения, температура окружающего воздуха $22 \pm 2$ °С, дрейф температуры не более 1 °С/час | 55000                               | 26500                    |
| С продувкой сухим газом, с окошками кюветного отделения                                                                                     | 40000                               | 20000                    |
| Без продувки, с окошками кюветного отделения                                                                                                | 18000                               | 10000                    |

#### 6.5 Определение уровня псевдорассеянного света.

Установить следующие параметры регистрации спектров):

- число сканов - 32;
- спектральный диапазон -  $4000-400$  см<sup>-1</sup>;
- разрешение - 4 см<sup>-1</sup>.

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  $2922 \pm 4$  см<sup>-1</sup>. За уровень псевдорассеянного света принимается наибольшее измеренное значение отклонения пропускания от нулевой линии.

Прибор считается прошедшим проверку по п. 6.5, если уровень псевдорассеянного света не более  $\pm 0,07\%$ .

При отсутствии в комплектации спектрометра спектрального диапазона, захватывающего область  $2922 \pm 4$  см<sup>-1</sup>, проверка по п.6.5 не проводится.

#### 6.6 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов - 20;
- спектральный диапазон -  $4000-400$  см<sup>-1</sup>;
- разрешение максимальное для данной модели прибора.

Записывают однолучевой 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 ( $\nu_{oi}$ ):

$$1404,99; 1889,57; 3701,81 \text{ см}^{-1}.$$

Определяют по шкале волновых чисел положение максимумов, соответствующих указанным линиям поглощения паров воды в атмосфере (меню «Анализ-Поиск пиков»), и для каждой линии находят разность:

$$\Delta\nu = \nu_j - \nu_{oi} \quad (2)$$

<sup>1</sup> Для других комбинаций светоделитель/детектор отношение сигнал/шум не нормируется.

где  $\nu_i$  – измеренное значение волнового числа, соответствующего максимуму спектральной линии;

$\nu_{oi}$  – действительное значение волнового числа.

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

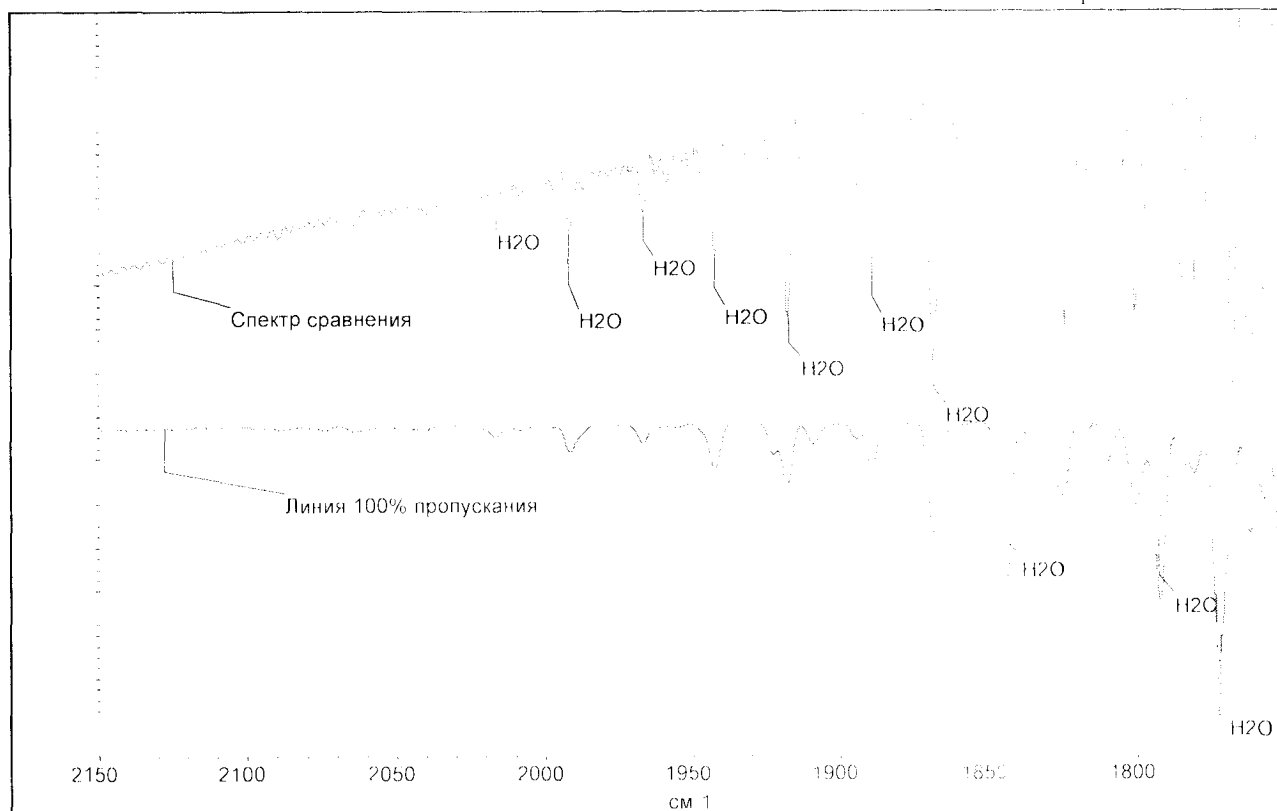
Прибор считается прошедшим поверку по п.6.6, если определенное значение абсолютной погрешности волновых чисел не превышает  $\pm 0,05 \text{ см}^{-1}$ .

## 7 Оформление результатов поверки

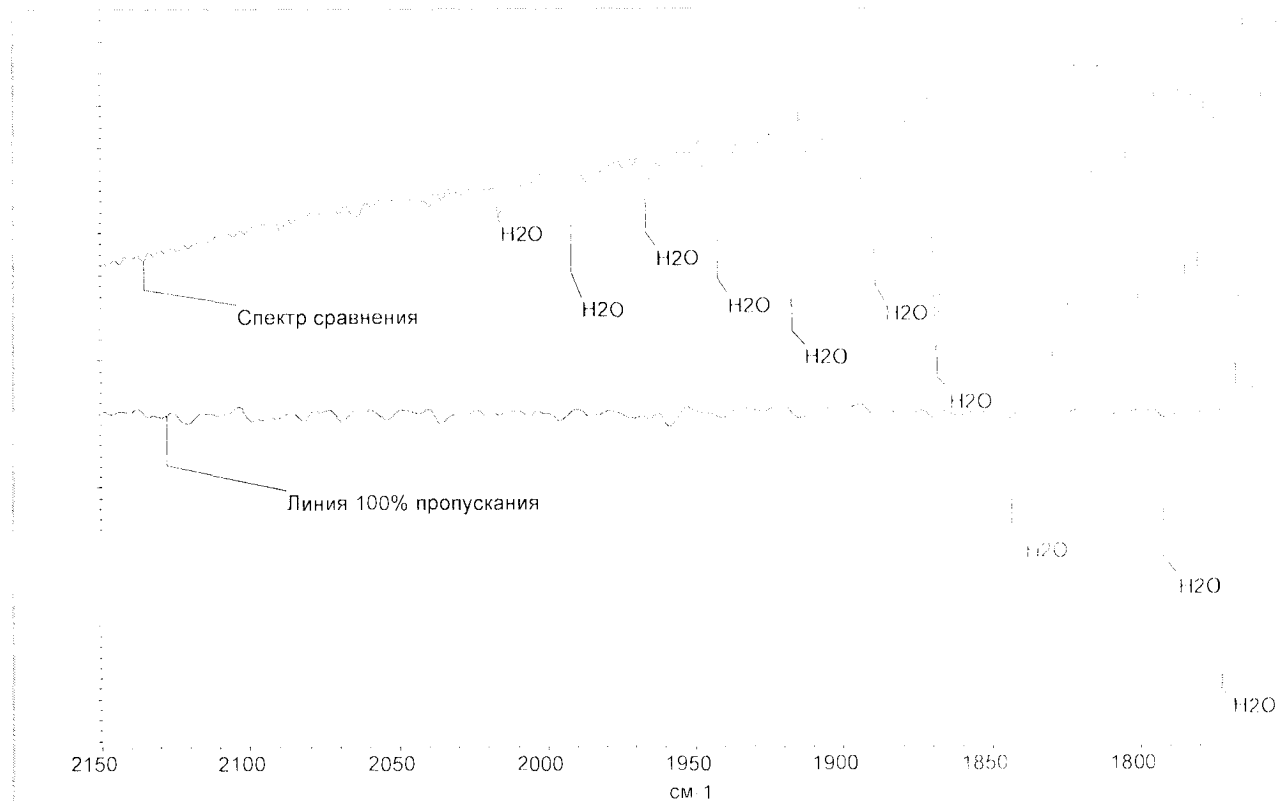
7.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении 2).

7.2 В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке.

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



Выявление полос поглощения атмосферы в спектре линии 100% пропускания — поглощение атмосферной воды имеется.



Выявление полос поглощения атмосферы в спектре линии 100% пропускания — поглощение атмосферной воды отсутствует.

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

Поверяемый прибор: фурье-спектрометр инфракрасный модель  
заводской №

выпущенный (отремонтированный)  
(дата выпуска или ремонта)

Принадлежащий

ИИИ владельца

Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С:

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа:

относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

Документ, по которому проведена поверка \_\_\_\_\_

Средства поверки \_\_\_\_\_  
наименование, номер свидетельства о поверке

**1. Результаты поверки**

|  | Наименование операции (параметра)                                                        | Номер пункта методики | Допускаемое значение параметра    | Измеренное значение параметра |
|--|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
|  | Внешний осмотр                                                                           | 6.1                   | соответствие требованиям методики |                               |
|  | Опробование                                                                              | 6.2                   | соответствие требованиям методики |                               |
|  | Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО)                                 | 6.3                   | соответствие требованиям методики |                               |
|  | Определение отношения сигнал/шум                                                         | 6.4                   | соответствие требованиям методики |                               |
|  | Определение уровня псевдорассеянного света                                               | 6.5                   | +0.07                             |                               |
|  | Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел: $\Delta \nu$ , см <sup>-1</sup> | 6.6                   | +0.05                             |                               |

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) №

Поверитель:

Дата: