

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
А.Н.Пронин
03 июня 2019 г.



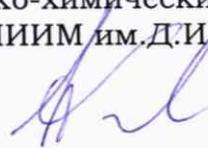
Государственная система обеспечения единства измерений

ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЫ ИНФРАКРАСНЫЕ
модификаций «ИнфРАЛЮМ ФТ-02», «ИнфРАЛЮМ ФТ-08»

Методика поверки

015-00-001 МП
(с Изменением №1)

Зам. руководителя отдела Госэталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.В.Колобова

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2019

Настоящая методика поверки распространяется на Фурье-спектрометры инфракрасные модификации «ИнфраЛЮМ ФТ-02», выпущенные с момента утверждения настоящей методики, и модификации «ИнфраЛЮМ ФТ-08» (в дальнейшем - спектрометры).

Межповерочный интервал - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Содержание и последовательность работ по поверке спектрометров должны соответствовать таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Раздел	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр и опробование	6.1	Да	Да
Проверка соответствия программного обеспечения	6.1.5	Да	Да
Определение рабочего спектрального диапазона	0	Да	Да
Определение спектрального разрешения	6.3	Да	Да
Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.4	Да	Да
Определение отношения сигнал/ шум (среднеквадратический)	6.5	Да	Да
Определение уровня положительного и отрицательного псевдорассеянного света, вызванного нелинейностью фотоприемной системы	6.6	Да	Да

Таблица 1 (Измененная редакция, изменение № 1)

1.2 При проведении поверки допускается использовать настройки программного обеспечения, позволяющие провести несколько опе-

раций по таблице 1 без остановки процесса измерений после завершения каждого этапа при условии вывода результатов по каждой операции в отдельности.

1.3 При получении отрицательных результатов по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка спектрометра прекращается, и он признается прошедшим поверку с отрицательным результатом.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

2.1 Пленка полистирольная марки К по ГОСТ 12998-85, высший или первый сорт, толщины от 50 до 80 мкм, в оправе из комплекта спектрометра.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Меры безопасности при поверке спектрометров должны соответствовать требованиям ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок».

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Все операции по поверке системы должны проводиться в условиях, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Наименование влияющей физической величины	Номинальное значение	Допускаемое отклонение
Температура окружающего воздуха, °С	20	±5
Относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80	
Атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7	
Напряжение источника питания переменного тока, В	220	±22
Частота переменного тока, Гц	50	±1

В помещении, где проводится поверка, должны быть исключены механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного), отклонения от рабочего положения.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготовить к работе средства поверки, перечисленные в разделе 2.

5.2 Включить спектрометр согласно Руководству по эксплуатации и запустить управляющую программу на компьютере, к которому подключен спектрометр. Выдержать спектрометр перед началом поверки в течение 2 часов.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 *Внешний осмотр и опробование, проверка соответствия программного обеспечения*

6.1.1 Проверить комплектность и маркировку спектрометра в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.1.2 Установить отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса спектрометра, которые могут влиять на его метрологические характеристики.

6.1.3 Через 2 ч после включения спектрометра в сеть установить с помощью управляющей программы следующие параметры работы спектрометра:

- | | |
|---|--|
| • частота выборки | 8 точек на период HeNe лазера; |
| • частота сканирования | 7,14 кГц (или как указано в формуляре спектрометра); |
| • автокалибровка усиления | разрешена; |
| • интерполировать на стандартную длину волны лазера | стоит контрольная отметка; |
| • спектральный диапазон | 400...7800 см ⁻¹ ; |

- время накопления 60 с;
- разрешение 4 см^{-1} ;
- аподизация Бесселева;
- дополнение нулями нет;
- управление разрешением автоматически - стоит контрольная отметка.

Примечание - В некоторых версиях программы управления спектрометром вместо термина «частота сканирования» использован термин «скорость сканирования».

6.1.4 Произвести опробование спектрометра согласно Руководству по эксплуатации.

6.1.5 Проверка соответствия программного обеспечения

В главном окне программы управления анализатором войти в пункт меню Справка/Идентификация ПО. «Информация о приборе». Нажать кнопку «Идентификация ПО».

Результат проверки считается положительным, если в открывшемся окне «Идентификация ПО» номер версии ПО соответствует версии, указанной в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений или выше.

Параметр	Значение
Программное обеспечение	СпектраЛЮМ Версия 2.0.1.253
Метрологически значимая часть	SpLumMetroModule.dll
Контрольная сумма	fab75a7f2a0c49035994915567e9aa6d
Алгоритм	MD5

OK

(Введено дополнительно, изменение № 1)

6.2 Определение рабочего спектрального диапазона

6.2.1 Зарегистрировать фоновый (энергетический) спектр в диапазоне $100 \dots 8000 \text{ см}^{-1}$ без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение.

6.2.2 С помощью программы управления спектрометром определить волновые числа, для которых энергия в спектре достигает 1/100 от значения энергии в максимуме спектра. Эти значения принимают за границы спектрального диапазона измерений.

6.2.3 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом в части определения спектрального диапазона, если полученные значения соответствуют указанным в таблице 3.

Таблица 3

Граница диапазона, см ⁻¹	«ИнфраЛЮМ ФТ-02»	«ИнфраЛЮМ ФТ-08»
Нижняя	не более 400	не более 400
Верхняя	не менее 7500	не менее 7800

6.3 Определение спектрального разрешения

6.3.1 Установить с помощью программы управления спектрометром следующие параметры регистрации фонового спектра:

- спектральный диапазон 400...7800 см⁻¹;
- время накопления 60 с;
- разрешение 0,5 см⁻¹;
- аподизация прямоугольная;
- дополнение нулями x2;
- управление разрешением автоматически - стоит контрольная отметка.

6.3.2 Зарегистрировать фоновый (энергетический) спектр без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение.

6.3.3 Найти величину интенсивности полученного спектра в минимуме линии паров воды в атмосфере 1375,08 см⁻¹ и базовой линии этого пика (Рис.1). Определить значения волновых чисел в пределах контура указанной линии, соответствующие половине интенсивности в минимуме, т.е. величине

$$I = \frac{I_{\text{баз}} + I_{\text{min}}}{2}, \quad (1)$$

где I_{min} – значение интенсивности в минимуме линии, единицы шкалы;
 $I_{\text{баз}}$ – значение интенсивности, соответствующее базовой линии, единицы шкалы.

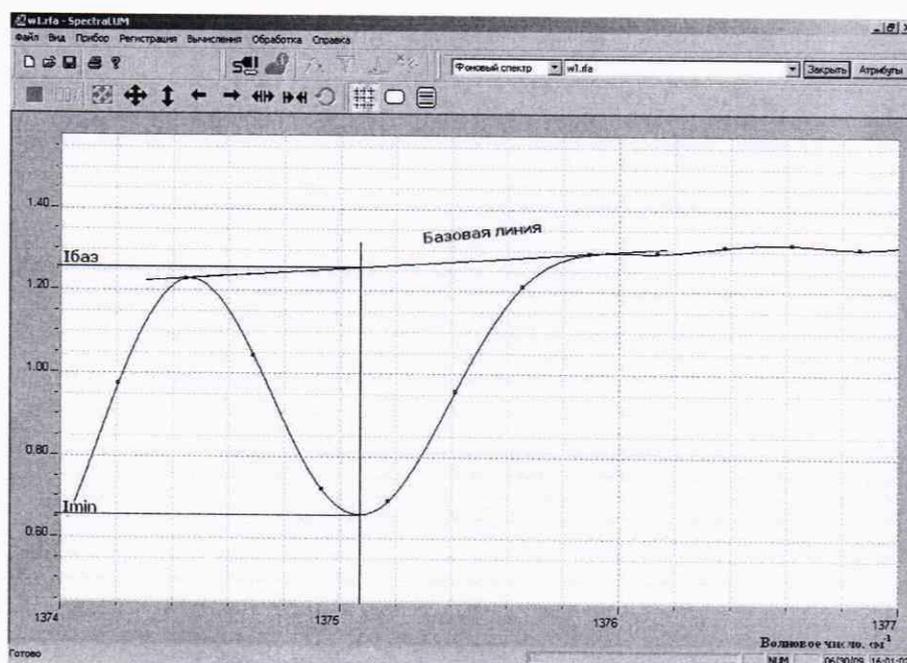


Рис.1

6.3.4 Рассчитать полуширину зарегистрированной линии как разность значений волновых чисел, определенных по п.6.3.3.

6.3.5 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом в части определения спектрального разрешения, если полуширина линии не превышает $0,7 \text{ см}^{-1}$.

6.4 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

6.4.1 Зарегистрировать фоновый спектр согласно п.п. 6.3.1-6.3.2 пять раз и при помощи программы управления спектрометром определить волновое число ν , соответствующее экстремумам спектральных линий паров воды в атмосфере с номинальным положением $\nu_{\text{обр}} = 1375,08 \text{ см}^{-1}$ и $\nu_{\text{обр}} = 525,97 \text{ см}^{-1}$.

Примечание - Допускается в качестве одного из спектров использовать спектр, зарегистрированный при определении спектрального разрешения спектрометра.

(Измененная редакция, изменение № 1)

6.4.2 Вычислить отклонение зарегистрированных значений волнового числа экстремума соответствующей линии от ее номинального значения для каждого спектра:

$$\Delta_{\nu} = \nu - \nu_{обр}. \quad (2)$$

6.4.3 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом в части определения абсолютной погрешности шкалы волновых чисел, если для обеих линий все значения отклонений Δ_{ν} не превышают по абсолютной величине $\pm 0,05 \text{ см}^{-1}$.

6.5 Определение отношения сигнал/шум

6.5.1 Провести регистрацию фонового спектра без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение согласно п. 6.2.1. Далее непосредственно за этим зарегистрировать спектр пропускания.

6.5.2 Используя программу управления спектрометром, определить отношение сигнал/шум (среднеквадратический) для значения волнового числа 2150 см^{-1} при ширине интервала обработки $\pm 50 \text{ см}^{-1}$.

Примечание - Отношение сигнал/шум (среднеквадратический) определяется как отношение усредненного в данном спектральном диапазоне значения сигнала линии 100%-го пропускания к величине среднего квадратического отклонения значения сигнала линии 100%-го пропускания в этом диапазоне.

6.5.3 Повторить операции по п.п. 6.5.1-6.5.2 еще четыре раза и вычислить среднее по результатам пяти измерений значение величины отношения сигнал/шум (среднеквадратический).

6.5.4 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом в части определения отношения сигнал/шум (среднеквадратический), если полученное по п.6.5.3 среднее значение не менее значения, указанного в таблице 4:

Таблица 4

Значение отношения сигнал/шум (среднеквадратический)	
«ИнфраЛЮМ ФТ-02»	«ИнфраЛЮМ ФТ-08»
8000	40000

6.6 Определение уровня положительного и отрицательного псевдорассеянного света, вызванного нелинейностью фотоприемной системы

6.6.1 Установить с помощью программы управления спектрометром следующие параметры регистрации фонового спектра:

- спектральный диапазон 400...7800 см⁻¹;
- время накопления 60 с;
- разрешение 2 см⁻¹;
- аподизация Бесселева;
- дополнение нулями нет;
- управление разрешением автоматически - стоит контрольная отметка.

6.6.2 Зарегистрировать фоновый (энергетический) спектр без установки каких-либо приставок и приспособлений в кюветное отделение.

6.6.3 Установить в положение для измерений образец полистирольной пленки, входящий в комплект поставки спектрометра, и зарегистрировать спектр пропускания.

6.6.4 Определить коэффициент пропускания в минимумах пропускания полистирола в диапазонах 692...708; 1485...1500; 2880...2960 см⁻¹.

6.6.5 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом в части определения уровня положительного и отрицательного псевдорассеянного света, если все измеренные значения коэффициента пропускания (T_{min} , %) лежат в пределах $\pm 0,25$ %.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты, полученные при поверке, заносятся в протокол по форме Приложения А.

7.2 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к дальнейшей эксплуатации. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательными результатами, к эксплуатации не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ от " ____ " _____ г.
поверки фурье-спектрометра инфракрасного «ИнфраЛЮМ ФТ- »
зав. номер _____, принадлежащего _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С

относительная влажность воздуха _____ %

атмосферное давление _____ кПа

Средства поверки:

пленка полистирольная марки К в оправе из комплекта спектрометра

Результаты поверки

1. Внешний осмотр и опробование

1.1 Комплектность спектрометра – в соответствии с Руководством по эксплуатации

1.2 Механические повреждения органов управления и корпуса спектрометра, которые могут влиять на его метрологические характеристики – отсутствуют

1.3 Результаты опробования _____

2. Определение рабочего спектрального диапазона

Граница диапазона, см ⁻¹	Норма		Полученное значение	Результат (уд./неуд.)
	«ИнфраЛЮМ ФТ-02»	«ИнфраЛЮМ ФТ-08»		
Нижняя	≤400	≤400		
Верхняя	≥7500	≥7800		

3. Определение спектрального разрешения

Измерено _____ см⁻¹, норма - не более 0,7 см⁻¹

4. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

$\nu_{обр}$, см ⁻¹	ν_p , см ⁻¹	$\Delta\nu$, см ⁻¹	Норма	Результат (уд./неуд.)
1375,08			± 0,05	
525,97			± 0,05	

5. Определение отношения сигнал/шум (среднеквадратический)

Волновое число, см ⁻¹	Норма		Полученное значение	Результат (уд./неуд.)
	«ИнфраЛЮМ ФТ-02»	«ИнфраЛЮМ ФТ-08»		
2150±50	≥8000	≥40 000		

6. Определение уровня положительного и отрицательного псевдорассеянного света

Спектральный диапазон, см ⁻¹	Минимум пропускания, см ⁻¹	T_{min} , %	Норма, %	Результат (уд./неуд.)
692...708			±0,25	
1485...1500			±0,25	
2880...2960			±0,25	

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

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

Поверитель: _____