

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



К.В. Гоголинский

20 сентября 2016 г.

ИК-Фурье микроскопы
моделей
Nicolet iN10 и Nicolet iN10MX

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2020-2016

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


Л.А. Конопелько

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


М.А. Мешалкин

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на ИК-Фурье микроскопы моделей Nicolet iN10 и Nicolet iN10MX (далее - приборы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками 1 год.

1. Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

N п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность Проведения	
			до ввода в эксплуатацию и после ремонта	в эксплуатации
1.	Подготовка к поверке	5	да	да
2.	Внешний осмотр и опробование	6.1	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.3	да	да

2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки используются следующие рабочие эталоны средства измерений и вспомогательное оборудование:

государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы длины волны в диапазоне от 3,2 до 18,5 мкм (диапазон волновых чисел от 3100 до 540 см⁻¹) или шире.

-термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).

-барометр-анероид М-110 или аналогичный.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные рабочие эталоны, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

4.1. Температура окружающего воздуха от плюс 18 до плюс 25°С.

4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°С) не более 80 %.

4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

4.4. Напряжение питания 220⁺²²₋₃₃ В.

4.5. Частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

5. Требования безопасности

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

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- четкость маркировки.

6.1.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Определение номера версии программного обеспечения.

6.2.1.1. Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» (Помощь). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» (О программе), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана приведена на рисунке 1

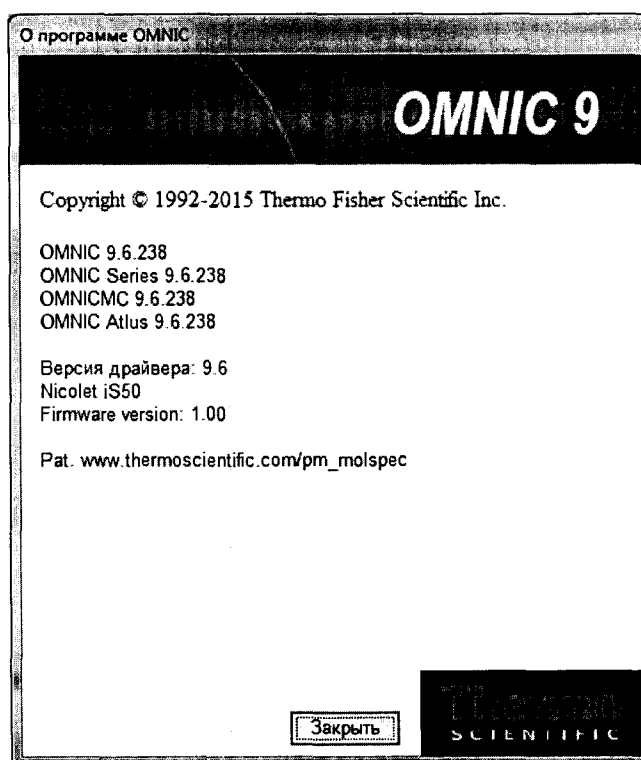


Рис.1. Окно с идентификационными данными программы OMNIC

6.2.1.2. Микроскоп считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номер версии ПО не ниже 9.3.32.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение отношения сигнал/шум.

6.3.1.2. Минимальное допустимое отношение сигнал/шум в зависимости от среды, находящейся в кюветном отделении, приведено в таблице 2. Выбор пункта таблицы 2 в соответствии с которым проводится определение отношения сигнал/шум делается владельцем

прибора (в зависимости от области применения спектрометра

6.3.1.3. Установить следующие параметры регистрации спектров:

- режим работы – пропускание;
- число сканов – 44;
- число сканов сравнения – 88;
- разрешение - 4 см^{-1} ;
- спектральный диапазон – $4000\text{-}400 \text{ см}^{-1}$.

6.3.1.3. Провести регистрацию линии 100 % пропускания (образцы и приспособления на предметный столик 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» \Rightarrow «Просмотр спектра сравнения»). В спектре линии 100% пропускания не должно наблюдаться линий, коррелирующих с полосами атмосферных газов (спектры приведены в Приложении 1). В случае наличия указанных полос поглощения необходимо опустить защитный кольцевой кожух объектива, выждать время, необходимое для стабилизации атмосферы в оптическом блоке и повторить измерение.

6.3.1.4. Провести измерения 5 раз, не поднимая кожух объектива.

С помощью команд меню «Вид» \Rightarrow «Пределы» установить диапазон по волновым числам для измерения шума в области спектра от 2100 до 2050 см^{-1} . Вид окна «Пределы» показан на рисунке 3.

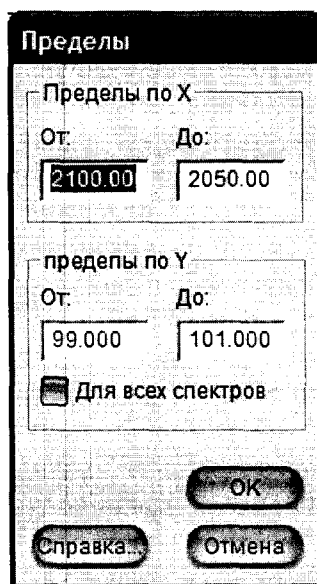


Рисунок 3. Окно «Пределы»

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

Для каждого спектра определить значение шума 100% линии в заданном диапазоне волновых чисел через меню «Анализ» \Rightarrow «Шум». При этом программой считается среднеквадратичное значение шума в заданных по волновому числу пределах. Вид окна «Шум» показан на рисунке 4.

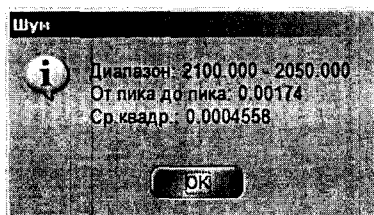


Рисунок 4. Окно «Шум»

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

$$N_{c/\text{ш}(i)} = \frac{100}{\Delta i} \quad (1)$$

где: Δi - значение «RMS» или «Ср.квадр» из окна «Шум».

6.3.1.5. За отношение сигнал/шум принимается минимальная величина из ряда определенных значений сигнал/шум:

$$N_{c/\text{ш}} = \text{MIN}(N_{c/\text{ш}(i)}) \quad (2)$$

где: $N_{c/\text{ш}(i)}$ – i -тое значение отношения сигнал/шум.

6.3.1.6. Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3, если определенное значение сигнал/шум ($N_{c/\text{ш}}$) не менее приведенного в таблице 2.

Таблице 2- Минимальное допускаемое значение отношения сигнал/шум

Условия регистрации	Детектор DTGS	Детектор МСТ
С продувкой сухим газом, температура окружающего воздуха 22 ± 2 °С, дрейф температуры не более 1 °С/час	1500	25000
Без продувки, температура окружающего воздуха 22 ± 2 °С, дрейф температуры не более 1,0 °С/час	700	12000

6.3.2 Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел и СКО случайной составляющей погрешности шкалы волновых чисел.

6.3.2.1. Определение проводят с использованием государственных рабочих эталонов 2-го разряда единицы длины волны (волнового числа) в границах спектрального диапазона прибора на длинах волн (волновых числах), указанных в свидетельстве об аттестации рабочего эталона, погрешность (расширенная неопределенность) положения которых не более $\pm 3 \text{ см}^{-1}$.

6.3.2.2. Установить следующие параметры регистрации спектров:

- режим работы – пропускание;
- число сканов – 50;
- число сканов сравнения – 50;
- разрешение - 1 см^{-1} ;
- спектральный диапазон – $4000\text{-}400 \text{ см}^{-1}$.

6.3.2.3. Записать 10 раз спектр пропускания рабочего эталона.

6.3.2.4. Для первого спектра найти разность между измеренными и действительными значениями¹ волновых чисел минимумов линий пропускания по формуле:

$$\Delta k_j = k_j - k_{ja} \quad (3)$$

где: k_j - измеренное значение волнового числа минимума j -ой линии пропускания;
 k_{ja} — действительное значение волнового числа минимума j -ой линии пропускания, указанное в свидетельстве об аттестации рабочего эталона.

6.3.2.5. За абсолютную погрешность шкалы волновых чисел принимают максимальное значение из вычисленных в п. 6.3.2.4 настоящей методики:

¹ Указанными в свидетельстве об аттестации рабочего эталона

$$\Delta k = \Delta k_{j \text{ MAX}} \quad (4)$$

6.4.2.6. Из полученных 10-и спектров выписать в таблицу значения волновых чисел минимумов пропускания для 3-х линий, волновые числа которых лежащих в области начала, середины и конца спектрального диапазона спектрометра.

6.3.2.7. Используя данные, выбранные в п. 6.4.2.6 расчет СКО с помощью электронных таблиц EXCEL или вручную по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (K - k_j)^2}{n-1}} \quad (5)$$

где: K – среднее арифметическое результатов n - измерений;

k_i – i -е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.3.2.8. Результаты поверки по п.6.3.2 считают положительными, если значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает значения $\pm 0,5 \text{ см}^{-1}$, а значение СКО случайной составляющей абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает $0,01 \text{ см}^{-1}$.

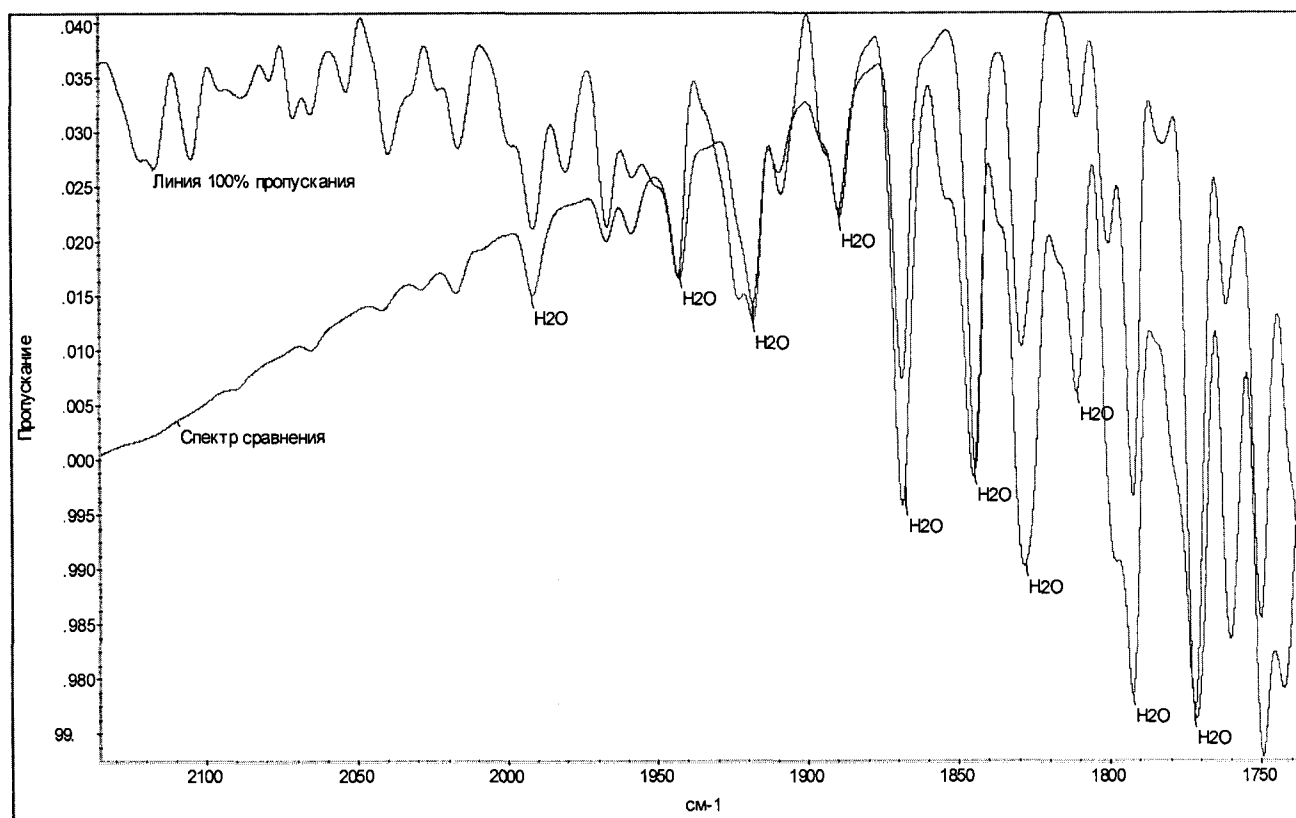
7. Оформление результатов поверки

7.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении 2.

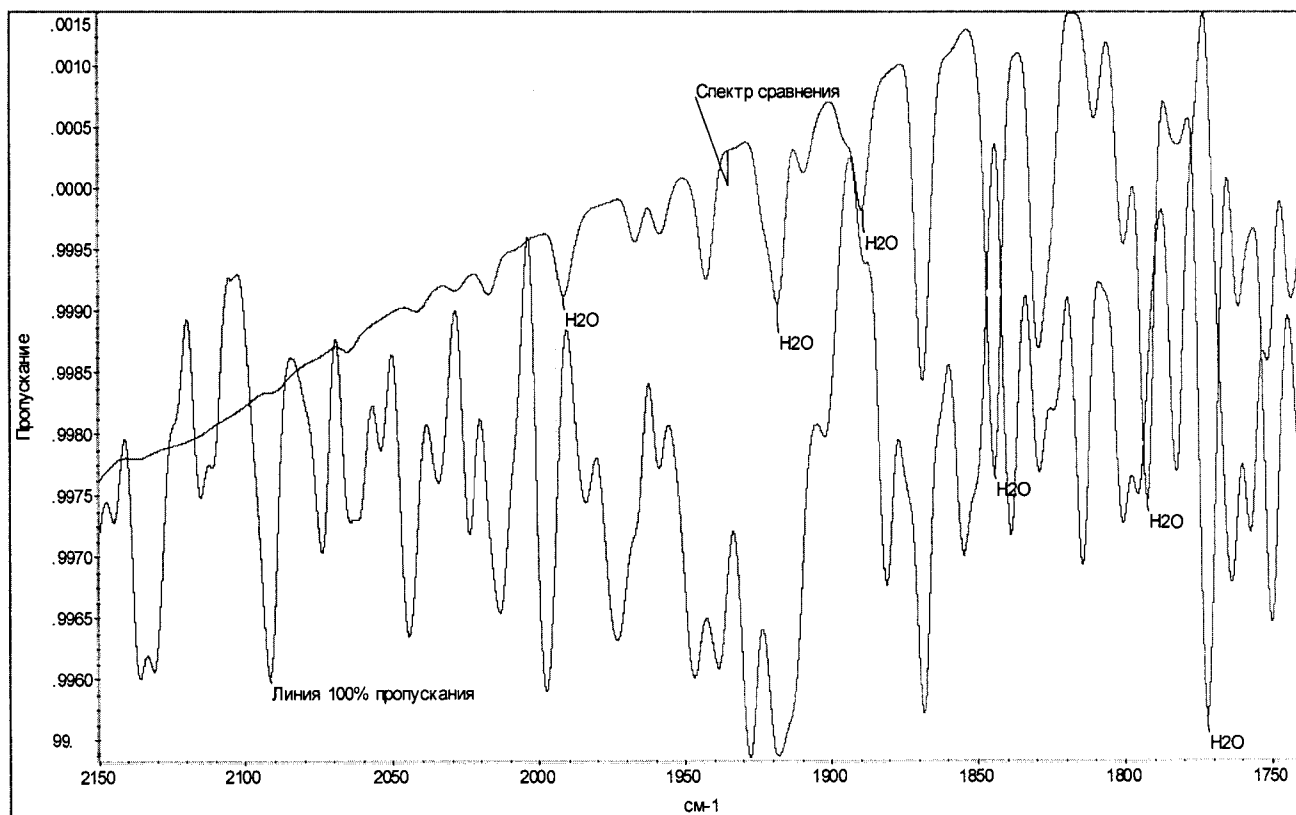
7.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.



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.

3. Определение СКО случайной составляющей погрешности шкалы волновых чисел

№ измерения	$k_1, \text{см}^{-1}$	$k_2, \text{см}^{-1}$	$k_3, \text{см}^{-1}$
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее значение			
СКО			