

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская

«14» января 2015г

Государственная система обеспечения единства измерений

**Фурье-спектрометры инфракрасные серии АВВ моделей МВ3000, МВ3600,
TALYS, ФТРА2000-404, ФТРА2000-460, ФТРА2000-260, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-
НР260, ФТРА2000-НР260Х**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 036.Д4-15**

л.р. 63670-16

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н.Негода

«14» января 2015

Москва
2015 г.

1 Введение

Настоящая методика распространяется на Фурье-спектрометры инфракрасные серии АВВ моделей МВ3000, МВ3600, TALYS, ФТРА2000-404, ФТРА2000-460, ФТРА2000-260, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-НР260, ФТРА2000-НР260Х (далее по тексту – спектрометры), предназначенные для измерения оптических спектров органических и неорганических веществ по шкале волновых чисел в инфракрасном (ИК) диапазоне, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверок.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| № п/п. | Наименование операций | Номер пункта НД по поверке | Обязательность выполнения операции | |
|--------|--|----------------------------|--|------------------|
| | | | При вводе в эксплуатацию и после ремонта | При эксплуатации |
| 1 | Внешний осмотр | 8.1 | Да | Да |
| 2 | Опробование | 8.2 | Да | Да |
| 3 | Проверка идентификации программного обеспечения | 8.3 | Да | Да |
| 4 | Определение метрологических характеристик | 8.4 | | |
| 5 | Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел | 8.4.1 | Да | Да |
| 6 | Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел | 8.4.2 | Да | Да |
| 7 | Определение отношения сигнал/шум | 8.4.3 | Да | Да |
| 8 | Определение спектрального разрешения | 8.4.4 | Да | Да |

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

| Номер пункта методики поверки | Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики |
|-------------------------------|--|
| 8.4.1 – 8.4.2 | <p>1 Государственный стандартный образец состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011): спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 11500 – 4000 см⁻¹; номинальные значения линий поглощения спектра, см⁻¹: 4048,91; 4878,38; 5375,27; 7087,98; 8671,60; 9834,10; 11313,75; пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T = 293,15 K) ± 0,5 см⁻¹</p> <p>2 Образец пленки полистирола толщиной 0,025 - 0,070 мм из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011) Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 4000 - 450 см⁻¹ Номинальные значения линий поглощения спектра, см⁻¹: 3082,13; 3060,00; 2849,58; 1943,08; 1802,81; 1601,40; 1372,41; 1154,66; 1028,52. Пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T = 293,15K) ± 0,5 см⁻¹</p> <p>3 Мера волновых чисел BRM 2065 из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011) Спектральный диапазон по шкале волновых чисел: 12000 - 5130 см⁻¹ Номинальные значения линий поглощения спектра, см⁻¹: 5138,5; 6805,3; 7313,8; 8179,4; 8682,2; 9294,1; 10245,6 Пределы допускаемого значения абсолютной погрешности измерения линии поглощения (при T = 293,15K) ± 0,5 см⁻¹</p> |

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Спектрометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, «Правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок». Оборудование,

применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.3 Устанавливайте спектрометры в помещениях, обеспечивающих как минимум 250 мм свободной площади позади системы для подключения кабеля заземляющего сопротивления в 100 мОм или меньше. Спектрометры находятся под напряжением в процессе работы, поэтому они должны быть заземлены. Вскрытие и проведение ремонтных работ, подсоединение (отсоединение) жгутов электро монтажа производятся после отключения питающих напряжений.

4.4 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства пользователя и руководства по эксплуатации спектрометров.

4.4 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.5 При использовании легковоспламеняющихся и токсичных растворителей для пробоподготовки необходимо обеспечить эффективную вентиляцию лабораторного помещения; иначе существует возможность отравления персонала и воспламенения испарений.

5. Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки, руководства пользователя и руководства по эксплуатации спектрометров;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с «Правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок».

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....10 - 35
- относительная влажность воздуха, %, не более.....95
- атмосферное давление, кПа.....84 - 106
- напряжение питания сети, В.....100 - 240
- частота, Гц.....50/60

6.2 В лабораторном помещении не допускается наличия коррозирующих испарений, органогалогенидов, органических растворителей, силоксанов, масляного тумана и пыли, которые могут влиять на точность измерений и значительно сокращают срок службы прибора. Наличие паров органогалогенидов (диформетана, дихлорметана и др.), которые при нагревании лампы превращаются в кислоты (HF, HCl), приводит к выходу из строя зеркал и всех элементов оптики, включая обычные винтовые крепления. Поэтому при исследовании образцов, содержащих указанные галогениды необходимо обеспечить проветривание прибора обезвоженным воздухом или азотом.

6.3 Приборы не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не ставьте его около окна. В помещении должны отсутствовать механические вибрации. Частота возмущающих вибраций, действующих на спектрометры, не должна быть более 30 Гц, амплитуда скорости колебаний не должна превышать 0,06 мм/с. Если показатели

вибрации в помещении превышают указанные значения, спектрометры должны быть установлены на виброизолирующем фундаменте.

6.4 В помещении не допускаются посторонние источники излучения, мощные переменные электрические и магнитные поля.

6.5 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Для спектрометров моделей MB3000 и MB3600:

- Установить спектрометры вдали от приборов, генерирующих сильные магнитные и высокочастотные поля. Убедитесь в наличии как минимум 15 см свободного пространства перед решёткой радиаторов.

- Соедините кабелем Ethernet ПК и спектрометр. Присоедините стандартный кабель электропитания. Подключите кабель электропитания к электросети. Включить спектрометр, нажав клавишу ВКЛ/ВЫКЛ, расположенную на задней панели прибора. Если светодиодный индикатор Power, расположенный на боковой панели прибора, горит зеленым в течение 3 минут, то прибор готов к эксплуатации. Если спектрометр правильно подключен к компьютеру, то индикатор сети (Network) загорится зеленым цветом и его мигание будет означать, что сеть активна.

- Удалите влагопоглотитель из отсека пробы. Выдержать спектрометры в условиях, указанных в п.п. 6.1 в течение 4х часов.

- Установить программное обеспечение Horizon QA на компьютер. Активировать приложение Horizon QA. Дважды кликните на иконке Horizon QA рабочего стола или выберите в меню Horizon QA.

- Провести автокалибровку спектрометров. Для этого выключить спектрометр, подождать 30 секунд и снова включить прибор. После данной процедуры спектрометр автоматически запустит калибровку, которая продлится около 3х минут. В это время индикатор Status будет мигать зеленым цветом. По окончании калибровки индикатор Status будет гореть зеленым постоянно. Прибор подготовлен к работе.

7.2 Для спектрометров моделей TALYS, ФТРА2000-404, ФТРА2000-460, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-НР260, ФТРА2000-НР260Х:

- Установите Анализатор TALYS на стену или на полку. Подключите кабель Ethernet к Анализатору TALYS. Установите пробоотборное устройство. Подключите оптоволоконно от пробоотборного устройства к Анализатору TALYS. Анализатор TALYS не имеет выключателя питания. Электропитание подаётся в Анализатор, как только шнур электропитания подсоединяется к источнику напряжения. При включении анализатора все светодиодные индикаторы на передней панели приборов должны загореться на 10 сек.

- После чего на экране высвечивается окно калибровки сенсорного экрана ЧМИ (человеко-машинного интерфейса). Высвечивается синий экран калибровки с 4 квадрантами и перечёркнутым кругом. Приложите палец к экрану и совершите вращательное движение пальцем по кругу. Перечёркнутый круг должен заполниться по мере движения пальца. Когда заполнится один круг, появится другой. Повторите эту операцию для всех девяти кругов.



- Далее начинается процедура загрузки. После начала загрузки, на экране Анализатора TALYS высвечиваются буквы, а затем он гаснет на одну - две минуты. Во время загрузки компонентов системы на экране высвечивается "time" (время), а затем появляется надпись "ready screen" (экран готов). Прибор подготовлен к работе.

7.3 Для спектрометров моделей ФТРА2000-404, ФТРА2000-460, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-НР260, ФТРА2000-НР260Х:

- Перед включением спектрометров, проверьте давление каждого приточного газоваода по показаниям манометров на панели регуляторов электронного блока.

Требуемое давление каждого газа указано над соответствующим манометром. При необходимости, отрегулировать давление с помощью рукояток. Этот пункт не требуется для спектрометров модели FTРА2000-PT260.

- Подключить спектрометры к сети электропитания и подать напряжение с помощью выключателя электропитания на корпусе прибора. При включении при комнатной температуре, спектрометрам понадобится около 4 часов, для стабилизации источника инфракрасного излучения и внутренней температуры.

- Нажмите кнопку Start f Programs f FTСW100 f FTСW100 Console, или дважды щёлкните на  , пиктограмме на рабочем столе встроенного дисплея или ПК в случае  спектрометров модели FTРА2000-PT260. При этом на экране появится следующее диалоговое окно

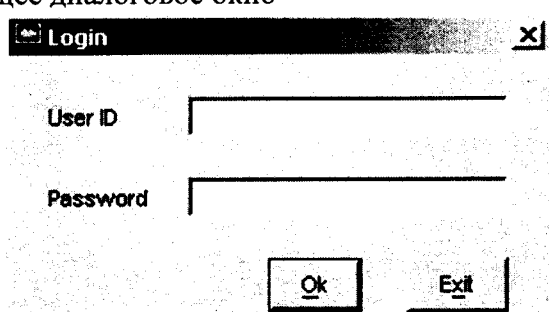


Рисунок 1

Наберите корректные имя пользователя и пароль. Прибор подготовлен к работе.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре спектрометров должно быть установлено:

- отсутствие видимых механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистоту гнезд, разъемов и клемм;
- состояние и четкость маркировок;
- состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими внешний осмотр, если корпус, внешние элементы, органы управления приборов не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Запустите программу Horizon QA для спектрометров моделей MB3600, MB3000 и программу FTСW100 для спектрометров моделей TALYS, FTРА2000-404, FTРА2000-460, FTРА2000-260, FTРА2000-PT260, FTРА2000-HP260, FTРА2000-HP260X.

8.2.2 На появившемся экране измерений (см. рисунок 2) выберите закладку Acquisition Parameters (Параметры измерений). Эта закладка используется для установки параметров сканирования.

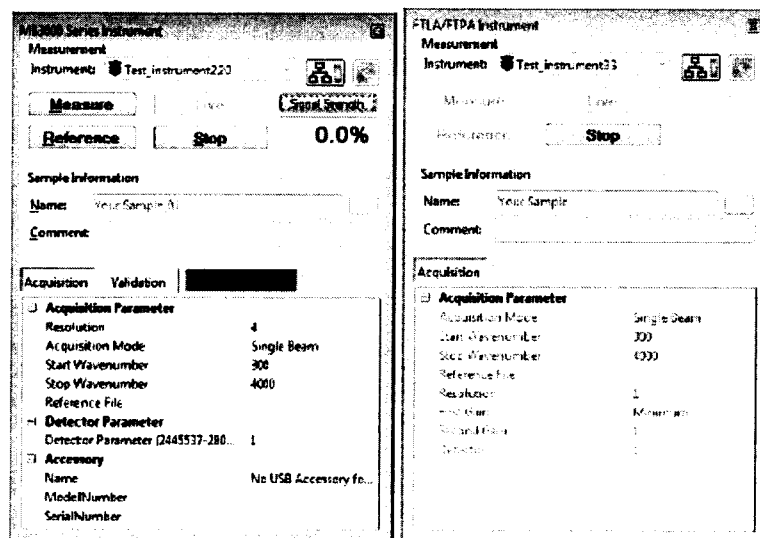


Рисунок 2

8.2.3 В открывшейся закладке установите разрешение (Resolution) 1; количество сканирований (Number of Scans) 4; число регистрируемых измерений (Number of Measurements) 10; скорость сканирования (Speed) 14 сканов/минуту; режим регистрации спектра Measurement Mode] - Transmittance (%T) (Пропускание); количество детекторов (Detector) 1; Интервал сканирования [Line Position (cm-1)] – 7298 – 7302.

8.2.4 Выполнить измерение фонового спектра (опорный спектр). В окне инструмента пусконаладки (Commissioning Tool) нажмите Operation. Убедитесь, что в отсеке для проб не установлен исследуемый образец, после чего нажмите кнопку [Initial Reference]. Начнется измерение фонового спектра, при этом в строке состояния в нижнем левом углу экрана можно наблюдать информацию о ходе процесса измерения. Получаемый спектр будет высвечиваться на экране в режиме реального времени (см. рисунок 3)

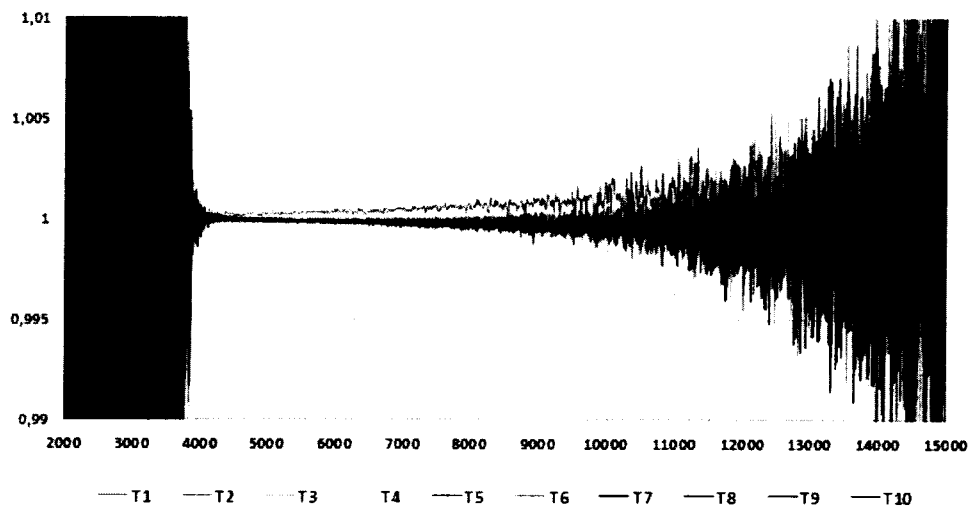


Рисунок 3

8.2.5 После окончания процедуры получения опорного спектра перейдите к вкладке «Измерение спектра» и нажмите кнопку [GO]. Начнется измерение пробы (пары воды в атмосфере), при этом в строке состояния в нижнем левом углу экрана можно наблюдать информацию о ходе процесса измерения, так же, как при измерении опорного спектра. В окне реального времени получаемый спектр будет высвечиваться на экране в режиме пропускания transmittance (%T) поверх опорного спектра (см. рисунок 4).

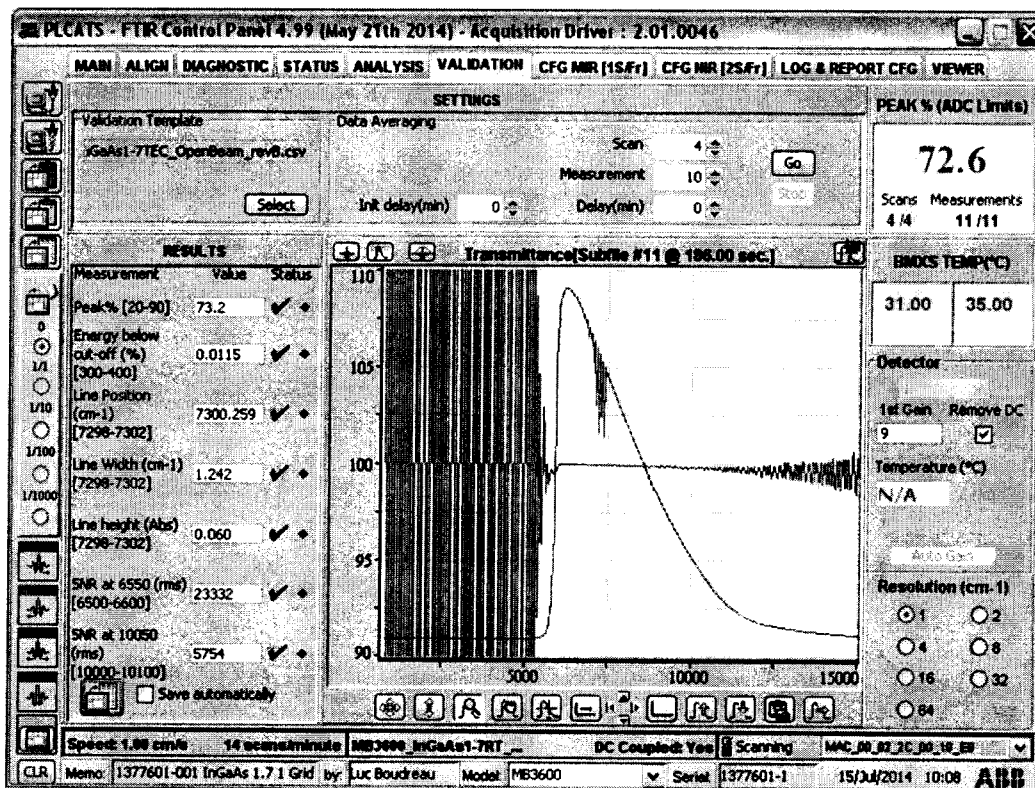


Рисунок 4

8.2.6 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если в полученной спектрограмме присутствует волновое число с максимальной ординатой линии поглощения в диапазоне 7302 – 7298 cm^{-1} для спектрометров MB3600 с детекторами DTGS-BK7; InAs; InGaAs 2,6; InGaAs 1,7; FTPA2000-404, FTPA2000-460 с детектором InAs; FTPA2000-260, FTPA2000-PT260, FTPA2000-HP260, FTPA2000-HP260X и TALYS с детекторами InGaAs 1,7; InGaAs 2,1; InGaAs 2,6; в диапазоне 1915 – 1920 cm^{-1} для спектрометров MB3000 с детекторами DTGS, MCT.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: наименование программного обеспечения, идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.3 Проводят оценку влияния программного обеспечения на метрологические характеристики спектрометров.

8.3.4 Спектрометры признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

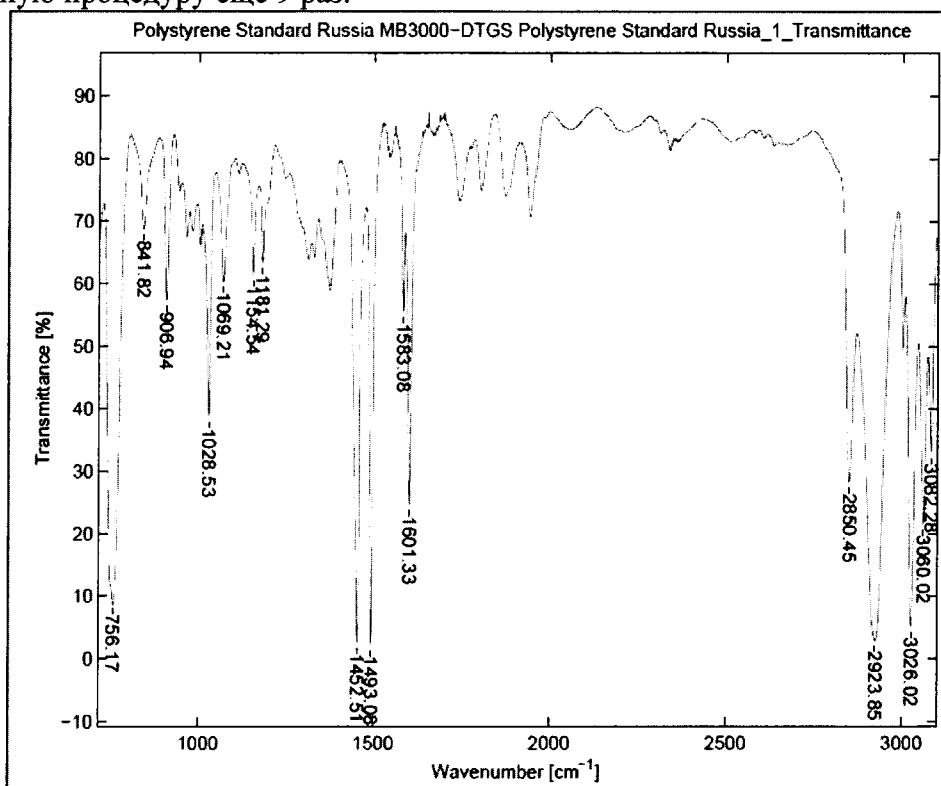
| Идентификационные данные (признаки) | Значение | | | |
|---|-------------|-----------------|------------|-------------|
| Идентификационное наименование ПО | PLCATS | Horizon MB FTIR | Horizon QA | FTSW100 |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | 4.98 и выше | 3.3 и выше | 2.1 и выше | 2.80 и выше |
| Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода) | - | | | |

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение спектрального диапазона по шкале волновых чисел

8.4.1.1 Проведите установки всех необходимых параметров в программах Horizon QA и FTSW100 согласно п.п. 8.2.1 – 8.2.4: Режим измерения [Measurement Mode] - Transmittance (%T) (Пропускание); установите количество сканирований [Number of Scans] – 6. Откройте опускающееся меню, затем установите разрешение, которое будет использоваться при измерении [Resolution] – 1.

Установить в отсек для проб спектрометров моделей MB3000 и MB3600 образец пленки полистирола толщиной 0,025-0,070 мм из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011). Записать спектр поглощения пленки согласно п. 8.2.5, установив Интервал сканирования [Range (cm⁻¹)] 4000 - 485. Нажмите кнопку Calc (Расчет) для высвечивания результата определения пиков. Записать значения волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения. Для показа или скрытия таблицы пиков откройте меню правой клавиши в окне спектра (Spectrum window) и нажмите [Show Peak Table] (Показать таблицу пиков) (см. рисунок 5). Провести измерения со всеми детекторами DTGS; МСТ для спектрометров MB3000. После получения спектра повторить данную процедуру ещё 9 раз.



Peak position repeatability

| Meas_1 | Meas_2 | Meas_3 | Meas_4 | Meas_5 | Meas_6 | Meas_7 | Meas_8 | Meas_9 | Meas_10 | Min | Max | Avg | Std_Dev |
|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 756.17 | 756.17 | 756.17 | 756.17 | 756.17 | 756.17 | 756.17 | 756.18 | 756.17 | 756.17 | 756.17 | 756.18 | 756.17 | 0.003 |
| 841.82 | 841.81 | 841.82 | 841.82 | 841.82 | 841.83 | 841.82 | 841.83 | 841.81 | 841.83 | 841.81 | 841.83 | 841.82 | 0.007 |
| 906.94 | 906.93 | 906.94 | 906.94 | 906.94 | 906.93 | 906.94 | 906.94 | 906.93 | 906.94 | 906.93 | 906.94 | 906.94 | 0.003 |
| 1028.53 | 1028.53 | 1028.53 | 1028.53 | 1028.54 | 1028.52 | 1028.53 | 1028.53 | 1028.53 | 1028.54 | 1028.52 | 1028.54 | 1028.53 | 0.005 |
| 1069.22 | 1069.21 | 1069.22 | 1069.23 | 1069.21 | 1069.20 | 1069.22 | 1069.21 | 1069.21 | 1069.22 | 1069.20 | 1069.23 | 1069.22 | 0.009 |
| 1154.54 | 1154.55 | 1154.54 | 1154.54 | 1154.54 | 1154.53 | 1154.54 | 1154.53 | 1154.54 | 1154.55 | 1154.53 | 1154.55 | 1154.54 | 0.005 |

| | | | | | | | | | | | | | |
|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|-------|
| 1181.29 | 1181.28 | 1181.29 | 1181.29 | 1181.29 | 1181.29 | 1181.29 | 1181.29 | 1181.28 | 1181.29 | 1181.28 | 1181.29 | 1181.29 | 0.003 |
| 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 1452.51 | 0.001 |
| 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 1493.08 | 0.002 |
| 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 1583.08 | 0.002 |
| 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 1601.33 | 0.001 |
| 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 2850.45 | 0.001 |
| 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 2923.85 | 0.002 |
| 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 3026.02 | 0.002 |
| 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 3060.02 | 0.001 |
| 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.28 | 3082.29 | 3082.28 | 3082.29 | 3082.28 | 0.003 |

Рисунок 5

8.4.1.2 Установить в отсек для проб спектрометров моделей MB3000 и MB3600 меру волновых чисел BRM 2065 из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011). Провести измерения со всеми детекторами DTGS-BK7; InAs; InGaAs 2,6; InGaAs 1,7 для спектрометров MB3600; DTGS; MCT для спектрометров MB3000 согласно п. 8.4.1.1, установив Интервал сканирования [Range (cm⁻¹)] 12500-5000.

8.4.1.3 Заполнить проточную кювету спектрометров моделей ФТРА2000-404, ФТРА2000-460, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-НР260, ФТРА2000-НР260Х образцом состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011). Погружной зонд спектрометров моделей ФТРА2000-260 и TALYS опустить в кювету, заполненную образцом состава хлороформа (ГСО 7288-96) из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2011). Провести измерения согласно п. 8.4.1.1, установив Интервал сканирования [Range (cm⁻¹)] 12500-3700 и поочередно используя детекторы InAs для спектрометров моделей ФТРА2000-404, ФТРА2000-460; InGaAs 1,7; InGaAs 2,1; InGaAs 2,6 для спектрометров моделей ФТРА2000-260, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-НР260, ФТРА2000-НР260Х и TALYS.

8.4.1.4 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если спектральный диапазон по шкале волновых чисел составляет:

для моделей ФТРА2000-404, ФТРА2000-460: от 11500 до 4000 см⁻¹;

для моделей ФТРА2000-260, ФТРА2000-РТ260, ФТРА2000-НР260, ФТРА2000-НР260Х от 11500 до 4000 см⁻¹;

для модели MB3600: от 12000 до 3700 см⁻¹;

для модели MB3000: от 8500 до 485 см⁻¹;

для модели TALYS: от 11500 до 4000 см⁻¹.

8.4.2 Определение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел

8.4.2.1 Из значений волновых чисел, соответствующих максимальным ординатам линий поглощения, полученным в п.п. 8.4.1.1, 8.4.1.2 и 8.4.1.3 настоящей методики поверки рассчитать среднее арифметическое значение волновых чисел $\bar{\nu}_i$ по формуле (1):

$$\bar{\nu}_i = \frac{\sum_i^n \nu_i}{n} \quad (1)$$

где ν_i – значения волнового числа, соответствующее максимальной ординате линии поглощения, см⁻¹

8.4.2.2 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел для каждой линии по формуле (2):

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

где ν_{oi} – действительные (номинальные) значения линий поглощения спектра, см^{-1}

8.4.2.3 За абсолютную погрешность принимают наибольшее значение $\Delta\nu$ для каждой линии.

8.4.2.4 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если пределы абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел не превышают $\pm 1,5 \text{ см}^{-1}$.

8.4.3 Определение отношения сигнал/шум

8.4.3.1 Определяется как среднее отношение сигнал-шум 100 % линии пропускания.

100 % линия пропускания определяется как отношение двух однолучевых спектров пустого отсека для образцов. Сигнал-шум определяется измерением максимального отклонения от 100 % линии пропускания.

8.4.3.2 Сканирование фона и образца последовательно производится при разрешении 4 см^{-1} для спектрометров модели MB3000 и 16 см^{-1} для остальных спектрометров, интегрировании в течение 1 минуты, скорости зеркала $2,8 \text{ мм/сек}$. Определяются наилучшие значения “peak-to-peak” ($P-P_{\text{max}} = \text{noise quantity}$) через каждые 100 см^{-1} в диапазонах $13200 - 3700 \text{ см}^{-1}$ для датчиков InGaAs 2,6; $13200 - 4300 \text{ см}^{-1}$ для датчиков InGaAs 2,1; $13200 - 5400 \text{ см}^{-1}$ для датчиков InGaAs 1,7; $15800 - 2600 \text{ см}^{-1}$ для датчиков InAs; $5200 - 800 \text{ см}^{-1}$ для датчиков MCT; $15800 - 2000 \text{ см}^{-1}$ для датчиков DTGS-BK7; $10200 - 460 \text{ см}^{-1}$ для датчиков DTGS. Предварительно провести опорное сканирование согласно п.8.2.4, чтобы избежать влияния пиков водяного пара (около $4500 - 3500 \text{ см}^{-1}$ и $2100 - 1300 \text{ см}^{-1}$) и CO_2 (около $2400 - 2300 \text{ см}^{-1}$), используется диапазон шума $2250 - 2050 \text{ см}^{-1}$.

8.4.3.3 Спектры измерить 6 раз, полученные результаты усреднить.

8.4.3.4 По формуле (3) определить отношение сигнал/шум

$$N_{c/w} = \frac{100}{\Delta_{m+} - \Delta_{m-}} \quad (3)$$

где Δ_{m+} , - максимальное значение пропускания T, %

Δ_{m-} – минимальное значение пропускания T, %

8.4.3.5 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение соотношения сигнал/шум не ниже указанного в таблице 3.

Таблица 3

| Наименование моделей спектрометров | Наименование датчика | Отношение сигнал/шум, не менее |
|---|----------------------|--------------------------------|
| ФТРА2000-460\ ФТРА2000-404 | InAs | 30 000:1 |
| ФТРА2000-260\ ФТРА2000-РТ260\ ФТРА2000-НР260\ ФТРА2000-НР260Х | InGaAs 1,7 | 60 000:1 |
| | InGaAs 2,1 | 60 000:1 |
| | InGaAs 2,6 | 60 000:1 |
| | DTGS-BK7 | 100 000:1 |
| MB3600 | InAs | 500 000:1 |
| | InGaAs 2,6 | 600 000:1 |
| | InGaAs 1,7 | 400 000:1 |
| MB3000 | DTGS | 50 000:1 |
| | MCT | 40 000:1 |
| TALYS | InGaAs 1,7 | 100 000:1 |
| | InGaAs 2,1 | 100 000:1 |
| | InGaAs 2,6 | 20 000:1 |

8.4.4 Определение спектрального разрешения

8.4.4.1 Спектральное разрешение спектрометров определяют по наличию на спектрограмме двух линий поглощения паров воды в атмосфере. Записывают линии поглощения, соответствующие волновым числам 1473,5 и 1472,0 см⁻¹ для МВ3000 и 7310,7 и 7312,3 см⁻¹ для остальных серий спектрометров в однолучевом режиме с максимальным разрешением прибора. Количество сканов 16, разрешение (Resolution) устанавливаем для каждой серии сканирования соответственно 1; 2; 4; 8; 16; 32; 64 см⁻¹. Определяется ширина на полувысоте пиков 1472 и 7310,7 см⁻¹ после операции логарифмирования.

8.4.4.2 Спектрофотометры считаются прошедшими операцию поверки, если измеренное значение спектрального разрешения не хуже (не более), см⁻¹: 1; 2; 4; 8; 16; 32; 64

9 Оформление результатов поверки

9.1 Спектрометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.4 фактических значений метрологических характеристик спектрометров и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектрометры допускают к эксплуатации.

9.2 Спектрометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В.Иванов

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

