ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА
(В Н И И М)

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ ИНФРАКРАСНЫХ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ ИКС-14А

МИ 22—74

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1978

gost.e-ecolog.ru

УДК 535.243.089.6

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ ИНФРАКРАСНЫХ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ ИКС-14А

МИ 22—74

Настоящая методика распространяется на инфракрасные спектрофотометры ИКС-14А и устанавливает методы и средства их периодической поверки.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операций	Номер пунктов методики	Наименование средств поверки и их нормативно-технические характеристики
Внешний осмотр и проверка комплектности	3.1	—
Опробование	3.2	Лупа с ценой деления не менее 0,1 мм, увеличением 10×
Проверка диапазона работы прибора с той (или теми) призмой, с которой производятся измерения	3.3.1	Дидимовое стекло $d=2$ мм; 1, 2, 4 — трихлорбензол, $d=0{,}5$ мм; хлороформ, $d=10$ мм; полистирол, $d=0{,}05$ мм; толуол, $d=0{,}5$ мм; пары H_2O атмосферы. Лупа с ценой деления не менее 0,1 мм увеличением 10×
Определение отклонений положений максимумов полос поглощения от фактического градуировочного графика	3.3.2	То же
Проверка сходимости результатов определения положения максимумов полос поглощения в разных областях спектра	3.3.3	»
Определение отклонения линии стопроцентного пропускания от номинального значения	3.3.4	—

©Издательство стандартов, 1978

Продолжение табл. 1

Наименование операций	Номер пунктов методики	Наименование средств поверки и их нормативно-технические характеристики
Определение уровня рассеянной радиации в приборе	3.3.5	Стекло К-8, $d=3$ мм; пластина LiF, $d=5$ мм; пластина NaCl, $d=10$ мм
Проверка разрешения прибора	3.3.6	Газ NH_3, $p=6670$ Па (50 мм рт. ст.), $d=125$ мм
Определение погрешности фотометрической шкалы прибора	3.3.7	Секторные диски с погрешностью по коэффициенту пропускания не более ±0,3%
Определение сходимости результатов измерения коэффициентов пропускания	3.3.8	То же

В таблице d — толщина пластины или поглощающего слоя.

1.2. Работу с поверяемым прибором и средствами поверки проводят согласно их эксплуатационной документации.

1.3. Поверку производят только для тех призм, с которыми производятся измерения.

2. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха 20±5°С;

относительная влажность воздуха не более 60%;

в помещении, где устанавливается прибор, не должно быть пыли, паров кислот и щелочей;

вблизи прибора не должно быть мощных источников электрических и магнитных полей;

помещение, где устанавливается прибор, не должно подвергаться механическим воздействиям (тряска, вибрация и т. п.);

прибор должен быть подключен к отдельному контуру заземления, не связанному с заземлением электропромышленного оборудования;

напряжение тока питания 220±22 В;

частота тока питания 50±0,5 Гц;

к прибору должна быть подведена вода.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

3.1. Внешний осмотр и проверка комплектности

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие прибора следующим требованиям:

прибор должен быть полностью, укомплектован согласно технической документации;

не должно быть повреждений, влияющих на работу прибора, шкалы должны быть четкими, оптические детали, призмы и коллективы не должны быть загрязнены или поцарапаны.

3.2. Опробование

3.2.1. При опробовании включают прибор и проверяют визуально равномерность накала глобара.

3.2.2. При включенном глобаре проверяют освещение входной щели монохроматора. Для этого снимают крышку монохроматора, включают тумблер «прерыватель». Изображение источника от обоих каналов должно быть симметричным относительно щели и не смещаться при включенном прерывателе.

3.2.3. Проверка работы отметочного устройства.

Включают тумблеры «развертка спектра» и «переключатель отметочных точек». Звук срабатывания отметочного устройства должен совпадать с моментом прохождения риски десятого или сотого деления мимо неподвижной отметки с погрешностью до 0,3 малого деления барабана развертки спектра.

Вращением вручную барабана развертки спектра при включенном отметчике получают реперные отметки. Выключают тумблер «перо» и вручную кареткой с пером проводят линию от 0 до 100% по шкале пропускания. Продлевают линию, прочерченную пером, и определяют расстояние от реперных отметок до линии с помощью лупы. Оно не должно превышать 0,2 мм.

3.2.4. Работу гидрореле проверяют путем пережатия шланга. При включенном глобаре должна загораться сигнальная лампа.

3.2.5. Компенсацию каналов приемно-регистрирующей системы определяют по отклонению линии «баланса» в следующем порядке:

перекрывают оба канала;

включают тумблеры «прерыватель» и «перо»;

с помощью ручки «баланс», останавливая перо около отметки 50 по шкале пропускания, устанавливают первоначальный уровень линии баланса;

включают тумблер «движение бумаги»;

в течение 20 мин записывают баланс при времени пробега пера 4 с.

Отклонение на диаграммной бумаге линии баланса регистрирующей системы от первоначального установленного уровня не должно превышать 5 дел. по шкале пропускания.

3.3. Определение метрологических параметров

3.3.1. Диапазон работы прибора с каждой призмой проверяют в следующем порядке.

Для каждой призмы строят два градуировочных графика — расчетный и фактический.

Исходные данные для построения расчетных графиков при линейной развертке спектра по волновым числам приведены в табл. 2.

Таблица 2

Призма	Волновое число, $см^{-1}$	Деление барабана развертки спектра
Ф-1	13330 9010 3850	0,13 8,51 18,52
LiF	5000 3000 1820	0,85 12,51 19,39
NaCl	2000 1000 650	0,34 13,67 18,34
KBr	700 550 400	0,80 9,20 17,60

Исходными данными для построения фактических градуировочных графиков являются табличные значения волновых чисел, соответствующих максимумам полос поглощения веществ, приведенных в табл. 3, и деления барабана развертки спектра, зарегистрированные на поверяемом приборе.

Таблица 3

Призма	Вещество	Волновое число, $см^{-1}$	Условия записи			
			Деление микрометрического винта щели	Скорость развертки спектра инт/мин	Скорость движения бумаги мм/мин	Время пробега пера, с
Ф-1	Дидимовое стекло, $d=2$ мм	12373 11360	7	0,4	25	4
	Хлороформ, $d=10$ мм	8703 7082 5921 5382 4869 4735	7	0,4	25	4
LiF	Хлороформ, $d=10$ мм 1,2,4-трихлорбензол, $d=0,5$ мм	4869 4735 4444 4323 4160 4102 4009	11	1,2	25	4

Продолжение табл. 3

Призма	Вещество	Волновое число, $см^{-1}$	Условия записи			
			Деление микрометрического винта щели	Скорость развертки спектра цнт/мин	Скорость движения бумаги мм мин	Время пробега пера, с
LiF	Полистирол, $d=0,05$ мм	3082 3060 3027 3002 2924 2851 1944 1871	11	1,2	25	4
NaCl	Полистирол, $d=0,05$ мм	1944 1871 1601 1583 1541 1493 1452 1371 1328 1312 1181 1154 1069 1028 1004 979 964 943 907 841 756 699	8	0,4	25	4
KBr	1,2,4— трихлорбензол, $d=0,025$ мм	646,6 613,6 575,6 550,8 511,6 485,6 459,0 438,8 397,6	9	0,4	25	4
	Пары H_2O в атмосфере*	526,0 502,2 492,0 484,0 472,5 457,8 443,7 418,5 397,5				

* Запись проводят по однолучевой схеме.

Положение максимума полосы поглощения на спектрограмме определяется следующим образом. На расстоянии T от вершины полосы проводят прямую, параллельную оси волновых чисел

$$T = \frac{T_{max} - T_{min}}{2},$$

где T_{min} — коэффициент пропускания в вершине полосы; T_{max} — коэффициент пропускания фона полосы.

Положение максимума полосы находят по формуле

$$n_{max} = \frac{n_1 + n_2}{2},$$

где n_1 и n_2 — координаты точек пересечения указанной прямой с контуром полосы, определенные с помощью лупы.

Условия записи спектров указаны в табл. 3. Усиление подбирают так, чтобы перо, выведенное кратковременным перекрытием пучка в одном из каналов из положения равновесия на 15—20 дел. по шкале пропускания, возвращалось в первоначальное положение с одним перебросом.

По полученным точкам строят усредненный график (прямую) для каждой призмы. Отклонения фактических графиков от расчетных не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Призма	Область спектра		Пределы допускаемых отклонений	
	$см^{-1}$	мкм	$см^{-1}$	мкм
Ф-1	13330 3800	0,75 2,6	±100 ±100	±0,01 ±0,07
LiF	5000 1800	2,0 5,5	±50 ±25	±0,02 ±0,07
NaCl	2000 650	5,0 15,4	±25 ±15	±0,02 ±0,1
KBr	670 400	15,0 25,0	±15 ±10	±0,3 ±0,6

3.3.2. Определение отклонений положений максимумов полос поглощения от фактического градуировочного графика (усредненной прямой). Записывают спектры веществ, указанных в табл. 3, после чего определяют искомое отклонение.

Отклонения не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Призма	Пределы допускаемых отклонений максимумов полос поглощения от фактического графика по	
	волновым числам, $см^{-1}$	длинам волн, мкм
Ф-1	±50	±0,01
LiF	±20	±0,02
NaCl	±15	±0,03
KBr	± 2	±0,05

Операция проводится одновременно с выполнением операций, указанных в п. 3.3.1.

3.3.3. Сходимость результатов определения положения максимумов полос поглощения в разных областях спектра проверяют следующим образом.

Записывают пять раз полосы поглощения веществ. Ширину щели для данной полосы поглощения устанавливают согласно табл. 3. Усиление подбирают, как в п. 3.3.1:

а) в диапазоне работы призмы из стекла Ф-1 записывают полосы поглощения хлороформа с максимумами при волновых числах 8703 и 7082 $см^{-1}$ при скорости развертки спектра 1289 $см^{-1}$/мин и скорости движения бумаги 25 мм/мин;

б) в диапазоне работы призмы из фтористого лития записывают полосу поглощения хлороформа с максимумом при волновом числе 4869 $см^{-1}$ при скорости развертки спектра 429 $см^{-1}$/мин и скорости движения бумаги 100 мм/мин и полосу поглощения полистирола с максимумом 3082 $см^{-1}$ при скорости развертки спектра 143 $см^{-1}$/мин и скорости движения бумаги 100 мм/мин;

в) в диапазоне работы призмы из хлористого натрия записывают полосы поглощения полистирола с максимумами при волновых числах 1601 и 1028 $см^{-1}$ при скорости развертки спектра 187 $см^{-1}$/мин и скорости движения бумаги 100 мм/мин;

г) в диапазоне работы призмы из бромистого калия записывают полосы поглощения атмосферы при волновых числах 662,7 и 418,5 $см^{-1}$ по однолучевой схеме при скорости развертки спектра 44 $см^{-1}$/мин и скорости движения бумаги 100 мм/мин.

Положение максимума полосы поглощения определяют, как в п. 3.3.1.

Среднее квадратическое отклонение результатов определения положения максимумов полос поглощения определяют по формуле

$$S_n = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{5} (n_i - \bar{n})^2}{4}},$$

где n_i — положение максимума данной полосы в делениях барабана; $\bar{n}$ — среднее положение максимума данной полосы в делениях барабана.

Среднее квадратическое отклонение результатов определения положения максимумов полос поглощения не должно превышать ±2 малых делений барабана развертки спектра.

3.3.4. При определении отклонения линии стопроцентного пропускания от номинального значения записывают линию стопроцентного пропускания для каждой призмы в отдельности.

Микрометрический винт устанавливают на 11-е деление. Усиление подбирают так же, как в п. 3.3.1.

Линия стопроцентного пропускания не должна отклоняться от номинального значения более чем на ±2%.

3.3.5. При определении уровня рассеянной радиации в приборе записывают:

коэффициент пропускания пластины из стекла К-8 в области работы призмы из LiF. В области волновых чисел от 2500 до 1800 $см^{-1}$ доля потока рассеянного излучения не должна превышать 2% (по шкале прибора) при работе с алюминированной поверхностью зеркала за выходной щелью;

коэффициент пропускания пластины из фтористого лития в области работы призмы из NaCl. В области от 1100 до 1000 $см^{-1}$ доля потока рассеянного излучения не должна превышать 3% при работе с алюминированной поверхностью зеркала за выходной щелью и 5% в области волновых чисел от 900 до 650 $см^{-1}$ при работе с матированной поверхностью зеркала;

коэффициент пропускания пластины из хлористого натрия в области работы призмы из KBr. В области волновых чисел от 450 до 400 $см^{-1}$ при работе с матированной поверхностью зеркала за выходной щелью доля потока рассеянного излучения не должна превышать 10%.

Скорость развертки спектра во всех случаях 0,4 инт./мин. Микрометрический винт устанавливают на 11-е деление. Усиление подбирают так же, как в п. 3.3.1.

К проведению качественного анализа допускаются приборы, имеющие долю потока рассеянного излучения, в два раза превышающую предельно допускаемую.

3.3.6. При проверке разрешения прибора записывают спектр поглощения аммиака в диапазоне волновых чисел от 1000 до 900 $см^{-1}$ с призмой из хлористого натрия при работе по двухлучевой схеме.

Ширину щели устанавливают вращением ограничителя постоянной, равной 0,10—0,13 мм, и контролируют по индикатору. Предварительно следует проверить нуль индикатора путем снятия кулачка раскрытия щелей.

Усиление подбирают так же, как в п. 3.3.1.

Спектр записывают при уровне шумов не более ±1%, скорости

развертки спектра 7 $см^{-1}$/мин, скорости движения бумаги 6 мм/мин и времени пробега пера 4 с.

При давлении аммиака в кювете 6670 Па (50 мм рт. ст.) и длине кюветы 125 мм глубина минимума между полосами поглощения аммиака 951,8 и 948,2 $см^{-1}$ должна составлять не менее 5 дел. шкалы коэффициентов пропускания.

3.3.7. Погрешность фотометрической шкалы определяют с помощью вращающихся секторных дисков в следующем порядке:

включают модулятор, тумблер «перо», открывают каналы образца сравнения и устанавливают перо самописца на линию стопроцентного пропускания с помощью компенсирующего клина;

устанавливая в канал образца диски с известными коэффициентами пропускания так, чтобы плоскость вращения диска была параллельна входному окошку прибора, трехкратно записывают коэффициент пропускания для каждого диска.

Отклонение результатов регистрации коэффициентов пропускания дисков от их паспортных значений в диапазоне коэффициентов пропускания от 10 до 100% не должно быть более ±1%.

Для качественного анализа допускаются приборы с отклонением не более ±2%.

3.3.8. Сходимость результатов регистрации коэффициента пропускания определяют многократной установкой и записью коэффициента пропускания двух секторных дисков.

Порядок работы такой же, как в п. 3.3.8. Производится дополнительно по две записи двух секторных дисков с коэффициентами пропускания 50 и 20%.

Среднее квадратическое отклонение результатов определения коэффициента пропускания определяют по формуле

$$S_T = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{5}(T_i - \overline{T})^2}{4}},$$

где T_i — коэффициент пропускания данного секторного диска при i-й записи; $\overline{T}$ — среднее значение коэффициента пропускания секторного диска.

Среднее квадратическое отклонение результатов определения коэффициента пропускания секторных дисков в диапазоне от 10 до 100% не должно быть более 0,5%.

К проведению качественного анализа допускаются приборы, имеющие среднее квадратическое отклонение результатов определения коэффициента пропускания не более 1%.

4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. При поверке спектрофотометров ведется протокол по форме, указанной в приложении.

4.2. На приборы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдается свидетельство о государственной поверке.

В свидетельстве приводят результаты поверки параметров, определенных пунктами протокола поверки.

4.3. Приборы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к применению не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности с указанием причины.

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ №

поверки инфракрасного спектрофотометра, принадлежащего _____

_____

наименование организации

1. Тип прибора _____

2. Изготовитель _____ Год изготовления _____

заводской номер _____

3. Прибор поверен „_____" 197 — г. на месте установки в _____

4. Температура помещения при поверке _____ °С.

5. Относительная влажность воздуха в помещении при поверке _____ %.

6. Результаты внешнего осмотра и проверки взаимодействия узлов прибора

_____

7. Результаты определения отклонения линии баланса регистрирующей системы. За 20 мин отклонение линии баланса на диаграмме составило _____ дел. шкалы пропускания.

8. Результаты проверки шкалы волновых чисел

Призма	Диапазон работы, $см^{-1}$	Максимальное отклонение положений максимумов полос поглощения от градуировочного графика, $см^{-1}$		Среднее квадратическое отклонение результатов определения положения максимума полос поглощения	
		$+\Delta\nu$	$-\Delta\nu$	S_ν, $см^{-1}$	S_n, дел.
Ф-1					
LiF					
NaCl					
KBr					

9. Результаты проверки отклонения линии стопроцентного пропускания от номинального значения

Призма	Усиление, при котором производилась запись	Максимальное отклонение 100%-ной линии пропускания

10. Результаты определения уровня рассеянной радиации.

Призма	Область, $см^{-1}$	Доля потока рассеянного излучения, R %	Примечание
LiF	2500—1800		С алюминированной поверхностью поворотного зеркала
NaCl	1100—1000		То же
	900—650		С матированной поверхностью поворотного зеркала
KBr	450—400		То же

11. Разрешение прибора в области 1000 $см^{-1}$ при ширине щели ——— и усилении ——— $\frac{\text{не хуже}}{\text{хуже}}$ 3,8 $см^{-1}$.

12. Результаты проверки фотометрической шкалы

№ п/п.	Паспортное значение коэффициента пропускания секторного диска, T, %	Максимальное отклонение результатов определения положения коэффициентов пропускания дисков, %		Среднее квадратическое отклонение результатов определения положения коэффициентов пропускания дисков, S_T, %
		$+\Delta T$	$-\Delta T$	

Заключение по результатам поверки.

Прибор $\frac{\text{отвечает}}{\text{не отвечает}}$ требованиям методики поверки.

Выдано свидетельство № ——— от «———» ——— 197—— г.

Выдано свидетельство о пригодности прибора к проведению качественного анализа № ——— от «———» ——— 197—— г.

Выдано извещение о непригодности № ——— от «———» 197—— г.

(Ненужное зачеркнуть)

Поверку проводил (подпись)

МЕТОДИКА

поверки инфракрасных спектрофотометров ИКС-14А

МИ 22—74

Редактор *С. Г. Вилькина*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 22.11.77 Подп. в печ. 10.03.78 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага типографская № 1
Гарнитура литературная. Печать высокая 0,75 п. л. 0,72 уч.-изд. л. Тир. 200
Зак. 1460 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д-557, Новопресненский
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru