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-22

МИ 21—74

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
МОСКВА
1978

gost.e-ecolog.ru

УДК 535.243.089.6

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ ИНФРАКРАСНЫХ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ ИКС-22

МИ 21—74

Настоящая методика распространяется на инфракрасные спектрофотометры ИКС-22 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

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
1. Внешний осмотр и проверка комплектности	3.1	—
2. Опробование	3.2	—
3. Проверка диапазона работы прибора	3.3.1	Пленка полистирола, $d=0.05$ мм; 1, 2, 4-трихлорбензол, $d=0{,}5$ мм
4. Определение погрешности прибора по шкале волновых чисел	3.3.2	То же, и лупа с ценой деления не менее 0,1 мм, увеличением $10^{\times}$
5. Определение сходимости результатов определения положения максимумов полос поглощения в разных областях спектра	3.3.3	То же

© Издательство стандартов, 1978

Продолжение табл. 1

Наименование операций	Номер пунктов методики	Наименование средств поверки и их нормативно-технические характеристики
6. Определение отклонения линии 100%-ного пропускания от номинального значения	3.3.4	—
7. Определение доли потока рассеянного излучения	3.3.5	Пластина LiF, $d=5$ мм или пластина CaF_2, $d=5$ мм в диапазоне 900—650 $м^{-1}$
8. Проверка разрешения прибора	3.3.6	Газ NH_3, $p=6670$ Па или 50 мм рт. ст., $d=125$ мм
9. Определение погрешности фотометрической шкалы прибора	3.3.7	Секторные диски с погрешностью по коэффициенту пропускания не более ±0,3%
10. Определение сходимости результатов определения коэффициентов пропускания	3.3.8	То же

d — толщина пластин или поглощающего слоя.

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

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, оптические детали не должны быть загрязнены, шкала указателя волновых чисел должна быть четкой.

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 «модулятор». Изображение источника от обоих каналов должно быть симметричным относительно щели и не смещаться при включенном модуляторе.

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

3.2.4. Отклонение линии баланса регистрирующей системы определяют в следующем порядке:

перекрывают оба канала;

включают тумблеры «модулятор» и «мотор отработки»;

с помощью ручки «баланс», останавливая перо около отметки 50% по шкале пропускания, устанавливают первоначальный уровень линии баланса; в течение 20 мин записывают линию баланса.

Отклонение на бланке линии баланса регистрирующей системы от первоначально установленного уровня не должно превышать 5 дел. по шкале коэффициентов пропускания.

3.3. Определение метрологических параметров.

3.3.1. Диапазон работы прибора проверяют в следующем порядке:

шкалу бланка Ф-1 согласовывают со шкалой указателя волновых чисел; устанавливают положение шкалы множительного механизма щели 0,7; регулировкой усиления обеспечивают оптимальную реакцию системы на скачкообразное изменение сигнала. Перо, выведенное кратковременным перекрытием пучка в одном из каналов из положения равновесия на 15—20 делений бланка по шкале пропускания, должно возвращаться в первоначальное положение с одним перебросом; записывают спектры поглощения 1, 2, 4-трихлорбензола и полистирола в диапазоне волновых чисел от 5000 до 650 $см^{-1}$; продолжительность записи всего диапазона 15 мин.

Вид спектра должен соответствовать спектрограмме поглощения веществ, приведенной в приложении к описанию прибора.

3.3.2 Погрешность прибора по шкале волновых чисел проверяют путем трехкратной записи на бланках Ф-1 спектров поглощения веществ, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Вещество	Волновое число $см^{-1}$	Пределы допускаемого отклонения положения максимума, $см^{-1}$	Вещество	Волновое число, $см^{-1}$	Пределы допускаемого отклонения положения максимума, $см^{-1}$
1 2, 4-трихлорбензол	4644 4556 4444 4323 4160 4102 4009	±25	Полистирол	1452 1371 1328 1312	±7
				1181 1154 1069	±6
Полистирол	3082 3060 3027 3002 2924	±15		1028 1004 979 964 943	±5
	2851 1944	±14 ±10		907 841	±4
	1871 1802	±9		756 699	±3
	1601 1583 1541 1493	±8			

Погрешность прибора $\Delta\nu$ находится как отклонение регистрируемого положения максимума полосы ν_1 от значения $\nu_{табл}$, указанного в табл. 2.

$$\Delta\nu = \nu_1 - \nu_{табл.}$$

Положение максимума полосы определяют 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 находят по формуле

$$\nu_{max} = \frac{\nu_1 + \nu_2}{2},$$

где ν_1 и ν_2 — координаты точек пересечения указанной прямой с контуром полосы, определенные с помощью лупы.

Отклонения положений максимумов полос поглощения не должны выходить за пределы, указанные в табл. 2.

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

записывают пять раз полосы поглощения полистирола, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Вещество	Волновое число $см^{-1}$	Предел допускаемого среднего квадратического отклонения, $см^{-1}$
Полистирол	1601	3
	907	1,5

Запись производят на бланках Ф-2; продолжительность записи всего диапазона 120 мин;

положение максимума полосы поглощения определяют так же, как в п. 3.3.2 с учетом масштаба записи;

среднее квадратическое отклонение результатов определения положения максимумов полос поглощения находят по формуле

$$S_\nu = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{5} (\nu_i - \overline{\nu})^2}{4}},$$

где ν_i — положение максимума полосы поглощения при i-й записи;

$\overline{\nu}$ — среднее положение данной полосы.

Среднее квадратическое отклонение результатов определения положений максимумов полос поглощения при регистрации не должно превышать значений, указанных в табл. 3.

3.3.4. При определении отклонения линии 100%-ного пропускания от номинального значения записывают линию 100%-ного пропускания при следующих условиях:

положение шкалы множительного механизма 1,3;

усиление такое же, как в п. 3.3.1;

продолжительность записи всего диапазона 15 мин.

Линия 100%-ного пропускания не должна отклоняться от номинального значения более чем на ±1% во всем диапазоне при выпуске из производства, а после года эксплуатации — более чем на ±2%.

3.3.5. При определении доли потока рассеянного излучения записывают коэффициент пропускания пластины из фтористого лития или фтористого кальция в диапазоне волновых чисел от 900 до 650 $см^{-1}$. Доля потока рассеянного излучения не должна быть более 1% в диапазоне от 900 до 700 $см^{-1}$ и более 5% в диапазоне от 700 до 650 $см^{-1}$.

Запись производят на бланке Ф-1, согласованном со шкалой указателя волновых чисел; продолжительность записи всего диапазона 15 мин.

3.3.6. При проверке разрешения прибора записывают спектр поглощения аммиака в диапазоне волновых чисел от 1000 до 900 $см^{-1}$ при положении шкалы множительного механизма на делении 0,3 при давлении аммиака в газовой кювете 50 мм рт. ст. и длине кюветы 125 мм. Усиление подбирают так же, как в п. 3.3.1.

Запись производят на бланке Ф-2; продолжительность записи всего диапазона 120 мин.

Глубина минимума между полосами поглощения аммиака 951,8 и 948,1 $см^{-1}$ должна составлять не менее 5% по шкале коэффициентов пропускания.

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

включают тумблеры «модулятор», «мотор обработки» и «развертка спектра»;

открывают каналы образца и сравнения и устанавливают перо на линию 100%-ного пропускания с помощью винта регулировки компенсационной пребенки;

устанавливая в канал образца диски с известными коэффициентами пропускания так, чтобы плоскость вращения диска была параллельна входному окошку прибора, делают трехкратные записи коэффициента пропускания каждого диска.

Отклонение результатов определения 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 значений коэффициента пропускания определяют при повторной установке и записи коэффициента пропускания двух секторных дисков.

Порядок работы такой же, как в п. 3.3.7. Производится дополнительно по две записи двух секторных дисков с коэффициентами пропускания 50 и 20%.

Среднее квадратическое отклонение результатов измерения коэффициента пропускания на регистрограммах вычисляют 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 измерения 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 ведут протокол по форме, указанной в приложении.

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

В свидетельстве приводят результаты поверки параметров, определенных по пп. 7—12 протокола поверки.

4.3. Приборы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к выпуску в обращение и 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

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 бланке составило _____ дел. шкалы коэффициентов пропускания.

8. Результаты проверки шкалы волновых чисел.

Табличное значение положения максимума полосы поглощения ν, $см^{-1}$	Максимальные отклонения положений максимумов полос поглощения $\Delta\nu$, $см^{-1}$		Средние квадратические отклонения положений максимумов полос поглощений, S_ν $см^{-1}$
	$+\Delta\nu$	$-\Delta\nu$	

9. Результаты проверки отклонения линии 100%-ного пропускания от номинального значения. Максимальное отклонение линии 100%-ного пропускания при усилении _____ составило _____

10. Результаты определения доли потока рассеянного излучения.

Спектральная область ν, $см^{-1}$	Доля потока рассеиваемого излучения, $см^{-1}$

11. Разрешение прибора в области 1000 $см^{-1}$ при положении множительного механизма щели на делении 0,3 и усилении _____ не хуже (хуже) 3,8 $см^{-1}$ (требуемое подчеркнуть).

12. Результаты проверки фотометрической шкалы

№	Паспортное значение коэффициента пропускания диска T, %	Максимальные отклонения результатов измерений коэффициентов пропускания дисков, %		Среднее квадратическое отклонение результатов измерений 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)

Определение терминов, применяемых в настоящей методике

Термин	Определение
1. Образцовая эквивалентная мера поверхностной плотности	Образцовая мера поверхностной плотности, изготовленная из выбранного единого материала для определенного диапазона поверхностных плотностей, стойкого к воздействию влаги и распространенных химикатов и практически не изменяющего своих свойств с течением времени
2. Образцовая натурная мера поверхностной плотности	Образцовая мера поверхностной плотности, изготовленная из материала, для измерения поверхностной плотности которого предназначен конкретный толщиномер

Редактор *С. Г Вилькина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Л. В. Вейнберг*

Сдано в наб. 10.11 77. Подп. в печ. 09.01.78 0,5 п. л. 0,42 уч.-изд. л. Тир 2000. Цена 3 коп

: Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-22, Новопресненский пер., д. 3
Вильнюсская типография Издательства стандартов. ул. Миндауго, 12/14. Зак. 4571

gost.e-ecolog.ru