

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 681—1990

色散型红外分光光度计

Dispersive Infrared Spectrophotometers

1990—05—18 发布

1990—09—01 实施

国家技术监督局 发布

JJG 681—1990

色散型红外分光光度计

Verification Regulation of Dispersive
Infrared Spectrophotometers

JJG 681—1990

本检定规程经国家技术监督局于 1990 年 05 月 18 日批准，并自 1990 年 09 月 01 日起施行。

归口单位：黑龙江省技术监督局

起草单位：黑龙江省计量检定测试所

本规程技术条文由起草单位负责解释

JJG 681—1990

本规程主要起草人：

徐秀华 （黑龙江省计量检定测试所）

陈陟岗 （黑龙江省计量检定测试所）

目 录

一 概述 (1)

二 技术要求 (2)

三 检定条件 (4)

四 检定项目和检定方法 (5)

五 检定结果处理和检定周期 (7)

附录 1 检定记录格式 (8)

附录 2 检定证书和检定结果通知书（背面）格式 (10)

色散型红外分光光度计检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的色散型红外分光光度计的检定。

一 概 述

色散型红外分光光度计（以下简称仪器）是根据物质在红外光区的吸收光谱特性和 Lambert - Beer 定律对物质进行定性与定量分析的仪器。

仪器按测光方式的不同可以分为光学零位平衡式与比例记录式两类。

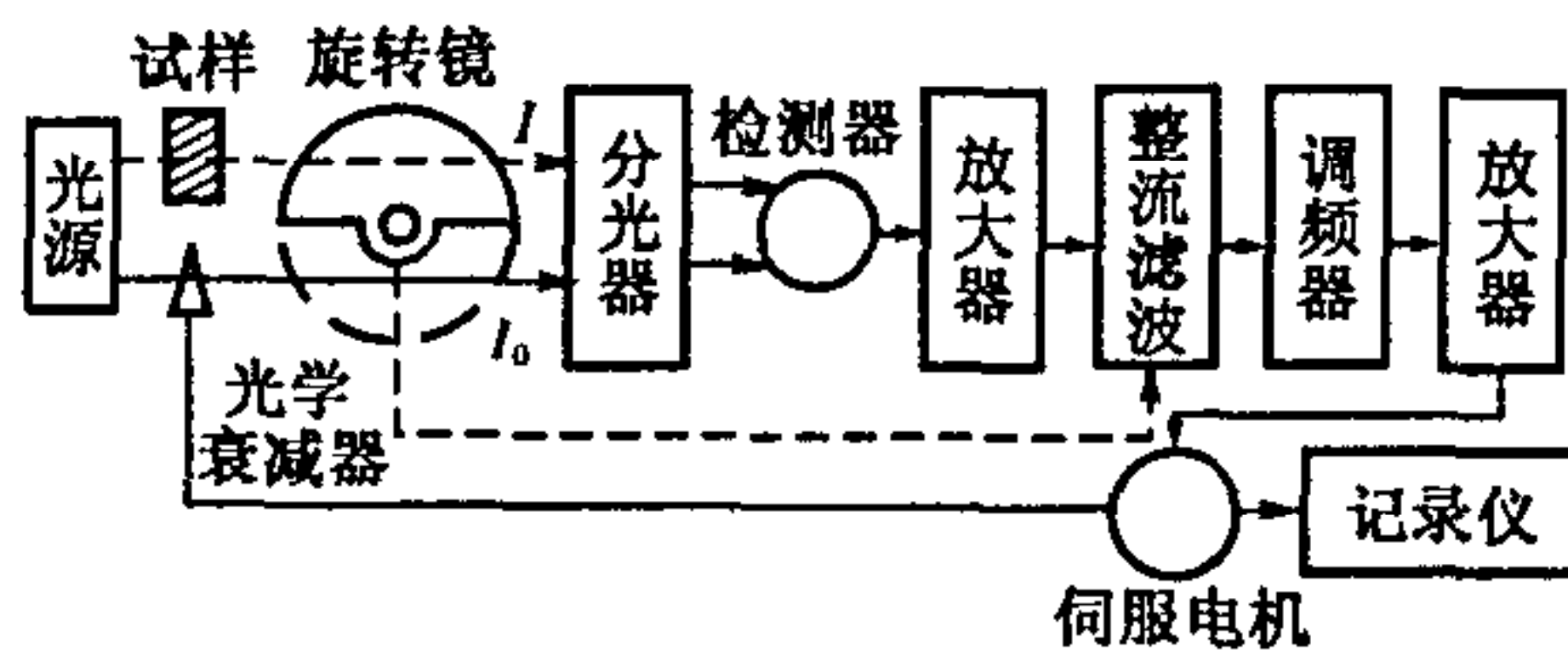


图 1 光学零位平衡式

光学零位平衡式仪器（见图 1）是把调制光信号（ $I_0 - I$ ）检测与放大后，用以驱动参比光路上的光学衰减器，使两束光的能量达到零位平衡。同时记录仪与光学衰减器同步运动以记录样品的透射比。

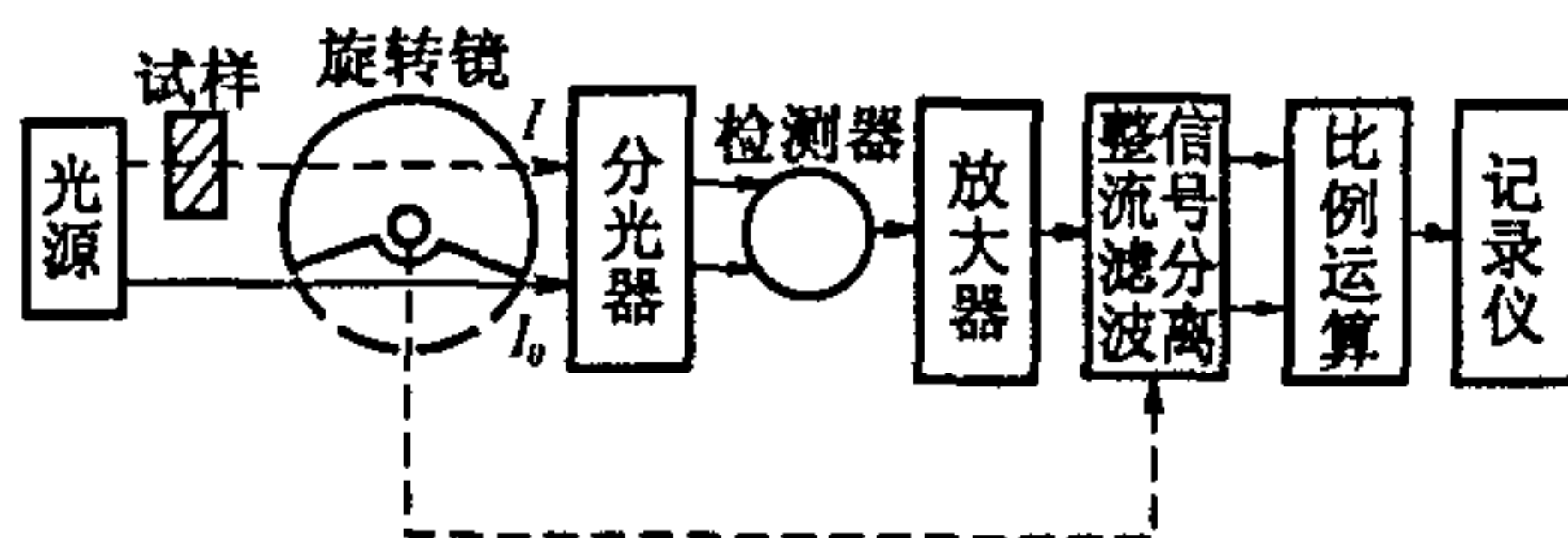


图 2 比例记录式

比例记录式仪器（见图 2）是把调制光信号（ $I \rightarrow \text{零} \rightarrow I_0 \rightarrow \text{零}$ ）检测与放大后分离，通过测量两个电信号的比例而得出样品的透射比。

仪器按波数范围的不同可以分为 A，B，C 三类，见表 1。

JJG 681—1990

表 1

类 别	波 数 范 围 (cm ⁻¹)
A	4 000~650
B	4 000~400
C	4 000~200

二 技 术 要 求

- 1 仪器应有下列标志：仪器名称，型号，制造厂名，出厂年、月和仪器编号；新出厂的仪器应有制造厂的出厂合格证。
- 2 仪器的各紧固件均应紧固良好，各调节旋钮、开关均能正常工作。
- 3 仪器不应有挡光和耀光现象。仪器的所有刻线与刻字应清晰、均匀，不应有妨碍读数的锈蚀及划痕。
- 4 仪器记录纸的横坐标与纵坐标的分度值应符合表 2 的要求。

表 2

项 目	要 求
横坐标分度值	2 000 cm ⁻¹ 以上≤50 cm ⁻¹
	2 000 cm ⁻¹ 以下≤20 cm ⁻¹
纵坐标分度值（透射比）	≤1 %
注：具有打印装置的仪器除外。	

- 5 波数正确度与波数重复性应符合表 3 的要求。

表 3

cm⁻¹

项 目	波 数 范 围	要 求
波数正确度	4 000~2 000	≤±8
	2 000 以下	≤±4
波数重复性	4 000~2 000	≤8
	2 000 以下	≤4

JJG 681—1990

6 透射比正确度与透射比重复性应符合表 4 的要求。

表 4

项 目	要 求	
	光学零位平衡式	比例记录式
透射比正确度	$\leq 1.0\%$ ($15\% \tau \sim 95\% \tau$) $\leq 1.5\%$ (其余)	$\leq 0.5\%$
透射比重复性	$\leq 1.0\%$	$\leq 0.5\%$

7 杂散辐射应符合表 5 的要求。

表 5

波数范围 (cm^{-1})	要 求		
	A 类	B 类	C 类
4 000 ~ 680	$\leq 1\%$	$\leq 1\%$	$\leq 1\%$
680 ~ 650	$\leq 2\%$	$\leq 1\%$	$\leq 1\%$
650 ~ 400	—	$\leq 2\%$	$\leq 1\%$
400 ~ 300	—	—	$\leq 2\%$
300 ~ 200	—	—	$\leq 3\%$

8 分辨率应符合表 6 的要求。分辨深度 $\geq 1\%$ 。

表 6

类 别	要 求	
	$\sim 3\,000\text{ cm}^{-1}$ 处分辨吸收带	$\sim 1\,000\text{ cm}^{-1}$ 处分辨吸收带
A	$3\,027\text{ cm}^{-1}$ 与 $3\,000\text{ cm}^{-1}$	951.8 cm^{-1} 与 948.2 cm^{-1}
B 和 C	$3\,103\text{ cm}^{-1}$ 与 $3\,082\text{ cm}^{-1}$	

- 9 100% 线的平直度应≤4%。
- 10 噪声≤1%。

三 检 定 条 件

11 标准物质*

11.1 聚苯乙烯标准片（厚度 0.03 mm），其吸收带的波数值见表 7。

表 7

序 号	波数 (cm ⁻¹)	序 号	波数 (cm ⁻¹)	序 号	波数 (cm ⁻¹)
1	3 027.1	4	1 801.6	7	1 154.3
2	2 850.7	5	1 601.4	8	1 028.0
3	1 944.0	6	1 583.1	9	906.7

11.2 旋转式标准扇形板，其透射比范围及透射比准确度应符合表 8 的要求。

表 8

序 号	标称透射比 (%)	实际透射比 (%)	实际透射比准确度 (%)
1	10	9~11	±0.1
2	50	49~51	±0.1

11.3 测量杂散辐射用的滤光片，其技术条件见表 9。

表 9

滤光片材料	规格 (mm)	波数范围 (cm ⁻¹)
熔石英	30×20×2	2 050~1 200
氟化锂	30×20×6	1 140~800
氟化钙	30×20×6	760~450
氯化钠	30×20×6	410~250
溴化钾	30×20×6	240~200

* 国家批准颁布相应的标准物质后，应立即采用。

11.4 氨气 (干燥的)。

12 检定设备

气体试样池、用于充装氨气的吸耳球或注射器、滤光片架等。

13 环境条件

仪器应置于平稳的工作台上,安放处无强振动源,无强光直射。室内应清洁,无腐蚀性气体,无强电磁场干扰。室温 (15~30)℃;相对湿度≤65%;供电电源:电压为 AC (220±22) V,频率为 (50±1) Hz。

四 检定项目和检定方法

14 外观检查按第 1~4 条的要求进行。开机预热半小时后,设置仪器处于常用缝宽。光学零位平衡式仪器在正常增益*的条件下检查仪器的电平衡**并使之处于适当的位置。然后进行第 15~20 条的检定。

15 波数正确度与波数重复性

以聚苯乙烯的吸收带作参考波数 (见表 7)。在仪器的起始波数处分别校准仪器的透射比 0% 与 100%。调整走纸旋钮与波数度盘的位置,使记录笔精确地置于仪器的起始波数处。将聚苯乙烯标准片插入样品架中,以常用的扫描速度从高波数向低波数进行全波段扫描。操作波数机械返回旋钮,在同一张记录纸上重复扫描 3 次 (具有打印装置的仪器以打印的数据为准,重复测量 3 次)。读取表 7 所对应的各吸收带的波数值。

按下式计算波数正确度 ($\Delta_{\tilde{\nu}}$):

$$\Delta_{\tilde{\nu}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tilde{\nu}_i - \tilde{\nu}_r \quad (1)$$

式中: $\tilde{\nu}_i$ ——波数测得值;

$\tilde{\nu}_r$ ——参考波数的数值;

n ——测量次数。

按下式计算波数重复性 ($R_{\tilde{\nu}}$):

$$R_{\tilde{\nu}} = \tilde{\nu}_{\max} - \tilde{\nu}_{\min} \quad (2)$$

式中: $\tilde{\nu}_{\max}$ ——波数测得值的最大值;

$\tilde{\nu}_{\min}$ ——波数测得值的最小值。

16 透射比正确度与透射比重复性

16.1 在波数 1 000 cm⁻¹处分别精确地校准仪器的透射比 0% 与 100%; 分别用 10% 与 50% 标准扇形板定波数测量仪器的透射比,重复测量 3 次。

* 把记录笔调到透射比 50% 左右,分别在样品光束及参比光束中给予 20% 的信号变化后,笔能迅速回到原来位置,其过冲量≤3% 时,即为正常增益。

** 把记录笔调到透射比 50% 左右,极快地关闭双光束的光门,记录笔不发生移动即为电平衡适宜。

不能定波数扫描的仪器，可在 $(1\ 100 \sim 900)\text{ cm}^{-1}$ 波段内扫描，量取透射比的平均值作为扇形板的测得值。重复测量 3 次。

按下式计算透射比正确度 (Δ_τ) ：

$$\Delta_\tau = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tau_i - \tau_r \quad (3)$$

式中： τ_i ——透射比测得值；

τ_r ——透射比实际值；

n ——测量次数。

注：具有纵坐标扩展的仪器应使用标尺扩展。

16.2 在仪器的起始波数处，分别校准仪器的透射比 0% 与 100%，以适当的扫描速度对聚苯乙烯标准片进行全波段扫描，重复测量 3 次（具有打印装置的仪器以打印的数据为准）。读取表 7 所列的各吸收带的透射比值。

按下式计算透射比重复性 (R_τ) ：

$$R_\tau = \tau_{\max} - \tau_{\min} \quad (4)$$

式中： τ_{\max} ——透射比测得值的最大值；

τ_{\min} ——透射比测得值的最小值。

17 杂散辐射

在仪器的起始波数处，分别精确地校准仪器的透射比 0% 与 100%，根据仪器的波数范围在表 9 中选择合适的滤光片，分别在其所对应的波段内扫描，所得出的透射比即为该波段的杂散辐射，其最大值应符合表 5 中杂散辐射的要求。

18 分辨率

18.1 在气体试样池中充入适量的氨气，氨气的浓度以 951.8 cm^{-1} 吸收带的透射比约 50% 为宜。分别校准仪器的透射比 0% 与 100%。将气体试样池插入样品架中，以慢扫描速度扫描氨气在 $(1\ 000 \sim 900)\text{ cm}^{-1}$ 波段的谱图。要求能够分辨氨气的 951.8 cm^{-1} 与 948.2 cm^{-1} 吸收带，其分辨深度 $\geq 1\%$ 。

18.2 观测 16.2 款所作的聚苯乙烯谱图 $(3\ 200 \sim 2\ 800)\text{ cm}^{-1}$ 波段：A 类仪器应能够分辨其 6 条吸收带，其中 $3\ 027\text{ cm}^{-1}$ 与 $3\ 000\text{ cm}^{-1}$ 吸收带的分辨深度 $\geq 1\%$ ；B 类与 C 类仪器应能够分辨其 7 条吸收带，其中 $3\ 103\text{ cm}^{-1}$ 与 $3\ 082\text{ cm}^{-1}$ 吸收带的分辨深度 $\geq 1\%$ 。

19 100% 线的平直度

打开样品光束与参比光束的光门，调节 100% 控制旋钮，使记录笔置于透射比 95% 处，以快速扫描速度扫描全波段，其 100% 线的偏差应 $\leq 4\%$ 。

20 噪声

打开样品光束与参比光束的光门，调节 100% 控制旋钮，使记录笔置于透射比 95% 处。在 $1\ 000\text{ cm}^{-1}$ 处定波数扫描 5 min，其最大噪声（峰-峰值）应 $\leq 1\%$ 。

不能定波数扫描的仪器，可在其 100% 线上观测噪声（水和二氧化碳的吸收区噪声除外）。

21 对于技术指标高于本规程要求的仪器，应按其技术指标进行检定。

22 波数范围与本规程分类不相符的仪器，其技术要求一律按仪器的最低波数所接近的类别来要求。

五 检定结果处理和检定周期

23 检定合格的仪器发给检定证书；检定不合格的仪器发给检定结果通知书，并注明不合格的项目与数据。

24 检定周期不得超过 1 年。

附录 1

检 定 记 录 格 式

仪器名称	制 造 厂
型 号	出厂编号
波数范围	测光方式
室 温	相对湿度
送检单位	证书或通知书编号
检定日期	结 论
检 定 员	核 验 员

- 1 外观与初步检查
- 2 波数正确度与波数重复性

$\tilde{\nu}_r$ (cm ⁻¹)	测 得 值			平均值	$\Delta\tilde{\nu}$ (cm ⁻¹)	$R_{\tilde{\nu}}$ (cm ⁻¹)
3 027.1						
2 850.7						
1 944.0						
1 801.6						
1 601.4						
1 583.1						
1 154.3						
1 028.0						
906.7						

JJG 681—1990

3 透射比正确度与透射比重复性

(1) 透射比正确度 %

标称值 (%)	测 得 值 (%)				实际值 (%)	Δ_r (%)
	—	二	三	平均值		
10						
50						

(2) 透射比重复性

波 数 (cm^{-1})	透射比测得值 (%)			R_r (%)
	—	二	三	
3 027.1				
2 850.7				
1 944.0				
1 801.6				
1 601.4				
1 583.1				
1 154.3				
1 028.0				
906.7				

4 杂散辐射

波数范围 (cm^{-1})	杂散辐射 (%)

5 分辨率

狭缝程序:

6 100% 线的平直度 \leq

7 噪声 \leq

附录 2

检定证书和检定结果通知书（背面）格式

外	观	_____
波 数 正 确 度		_____ _____
波 数 重 复 性		_____ _____
透 射 比 正 确 度		_____
透 射 比 重 复 性		_____
杂 散 辐 射		_____ _____ _____
分 辨 率		_____ _____
100% 线 的 平 直 度		_____
噪 声		_____

中华人民共和国
国家计量检定规程
色散型红外分光光度计
JJG 681—1990
国家技术监督局颁布

*

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲 2 号
邮政编码 100013
电话 (010)64275360
北京市迪鑫印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16 开本 印张 1 字数 14 千字
1990 年 8 月第 1 版 2000 年 8 月第 2 次印刷
印数 3 001—5 000
统一书号 155026 - 1131