

Общество с ограниченной ответственностью
«ИНФРАСПЕК»

ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЫ ИНФРАКРАСНЫЕ ФСМ

Руководство по эксплуатации
СПБИ.001.00.000.00 РЭ



С.-Петербург 2009

СОДЕРЖАНИЕ

1	ВВЕДЕНИЕ	3
2	НАЗНАЧЕНИЕ	3
3	ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ.....	4
4	УСТРОЙСТВО И РАБОТА ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРА.....	5
4.1	Принцип работы	5
4.2	Состав фурье-спектрометра.....	6
4.3	Конструкция спектрометра	7
5	УСТРОЙСТВО И РАБОТА СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРА.....	9
5.1	Оптический блок.....	9
5.1.1	Модуль интерферометра	9
5.1.2	Кюветное отделение и камера детектора.	10
5.2	Электронная часть	10
5.2.1	Блок управления.....	11
5.2.2	Блок питания.....	12
5.3	Система обработки данных	12
6	ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ	13
6.1	Программа FСpec для Windows 95/98	13
6.1.1	Команды меню	15
6.1.2	Быстрые кнопки	22
6.1.3	Активные элементы панели Измерения.	23
6.1.4	Активные элементы окон диалога.	24
6.2	Форматы файлов, паспорт спектра	27
7	РАБОТА НА ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЕ	29
7.1	Условия эксплуатации и хранения фурье-спектрометра	29
7.2	Подготовка фурье-спектрометра к работе	29
7.3	Проведение измерений	32
7.4	Тестирование фурье-спектрометра.....	35
7.5	Замена излучателя	35
7.6	Проверка и замена плавких предохранителей	36
7.7	Требования техники безопасности	36
8	ПРИЛОЖЕНИЕ	37
9	ЛИТЕРАТУРА	38

1 ВВЕДЕНИЕ

Руководство по эксплуатации лабораторных инфракрасных фурье-спектрометров ФСМ (модификации ФСМ 1201, ФСМ 1202, ФСМ 1211) содержит описание их устройства и принципа действия, а также технические характеристики и методические приемы, необходимые для эффективного использования и правильной эксплуатации оборудования.

Дополнительно следует пользоваться эксплуатационной документацией на отдельные устройства, входящие в состав изделия:

- персональный компьютер;
- принтер.

Руководство по эксплуатации предназначено для обслуживающего персонала, прошедшего предварительную подготовку по практическому использованию и техническому обслуживанию фурье-спектрометров ФСМ.

2 НАЗНАЧЕНИЕ

Лабораторные инфракрасные фурье-спектрометры ФСМ (в дальнейшем фурье-спектрометры) предназначены для регистрации и исследования оптических спектров в инфракрасной (ИК) области, а также для количественного анализа и контроля качества продукции в химической, нефтехимической, фармацевтической, пищевой и парфюмерной промышленности, осуществления экологического контроля, криминалистической и др. видов экспертиз.

Система обработки данных, реализованная на базе IBM совместимого персонального компьютера (ПК), обеспечивает автоматическое измерение спектров, включая управление всеми системами спектрометра и оптимизацию режимов измерения, сохранение результатов измерений в базе данных, тестирование, математическую обработку спектральных данных, работу со спектральной базой данных, графическое представление спектров на дисплее и получение твердой копии результатов измерений на принтере.

3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

Характеристика	Значение
Рабочая область спектра для модификаций, см ⁻¹ : ФСМ 1201 ФСМ 1202 ФСМ 1211	400-5000 25 000 нм - 2000 нм 400-5000 2500-12000 4000 нм - 833 нм
Спектральное разрешение*) для модификаций, не более, см ⁻¹ : ФСМ 1201 ФСМ 1202 ФСМ 1211	1.0 0.5 2.0
Абсолютная погрешность шкалы волновых чисел, не более, см ⁻¹	±0.1
Отклонение линии 100% пропускания от номинального значения (1950-2050 см ⁻¹ или 4950-5050 см ⁻¹ , разрешение 4 см ⁻¹ , 20 сканов), не более, %	±0.5
Среднее квадратическое отклонение линии 100% пропускания (1950-2050 см ⁻¹ или 4950-5050 см ⁻¹ , разрешение 4 см ⁻¹ , 20 сканов), не более, %	0.025
Уровень положительного и отрицательного псевдорассеянного света, не более, %	±0.25
Габаритные размеры, не более, мм	550×400×250
Размеры кюветного отделения, не менее, мм	150×160×200
Масса, не более, кг	35
Потребляемая мощность (без ПК), не более, Вт	150
Электрическое питание	220(-33/+22) В, 50±0.5 Гц

*) Ширина на уровне 0.5 от максимальной интенсивности следующих спектральных линий паров воды в атмосфере:

- 1404.99 и 1889.57 см⁻¹ для модификаций «ФСМ 1201», «ФСМ 1202»;
- 3701.81 и 3886.08 см⁻¹ для модификации ФСМ 1211;

не должна превышать 1.4 см⁻¹ для модификации «ФСМ-1201», 0.8 см⁻¹ для модификации «ФСМ-1202» и 3.2 см⁻¹ для модификации «ФСМ-1211».

4 УСТРОЙСТВО И РАБОТА ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРА

4.1 Принцип работы

Принципы фурье-спектроскопии описаны в [1,2]. Основным элементом оптической схемы фурье-спектрометра является двухлучевой интерферометр Майкельсона, состоящий из полупрозрачного светоделителя и двух плоских зеркал. Фурье-спектрометр позволяет получать информацию о спектральном составе ИК излучения и, следовательно, об оптических свойствах исследуемых образцов.

Схема получения спектров показана на Рис. 1. Излучение от излучателя падает на полупрозрачную поверхность светоделителя и расщепляется на два пучка. После отражения от соответствующих зеркал интерферометра излучение двух пучков складывается на светоделителе и направляется на детектор, преобразующий его в электрический сигнал. Если одно из зеркал двухлучевого интерферометра Майкельсона перемещать, то оптический путь для соответствующего пучка будет изменяться, и в точке приема интенсивность излучения будет меняться вследствие интерференции пучков, отражающихся от подвижного и неподвижного зеркала.

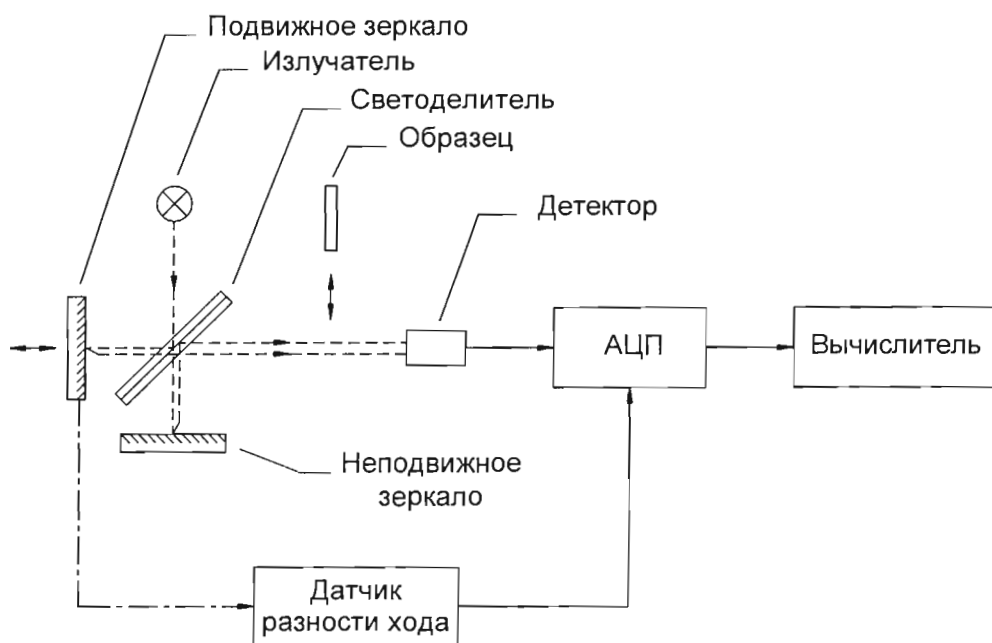


Рис. 1. Схема получения спектров.

Зависимость регистрируемого сигнала $I(x)$ от оптической разности хода пучков в интерферометре x называется интерферограммой. Максимум сигнала интерферограммы соответствует нулевой разности хода, так как в этом случае все спектральные составляющие излучения пучков приходят в точку приема в фазе. Интерферограмма содержит информацию о

спектральном составе излучения. Спектр интенсивности $S(\sigma)$ получается с помощью обратного фурье-преобразования интерферограммы

$$S(\sigma) = 2 \int_0^{x_{\max}} \left[I(x) - \frac{1}{2} I(0) \right] \exp(i2\pi\sigma x) dx,$$

где σ – волновое число, x_{\max} – максимальная оптическая разность хода. Спектр интенсивности зависит от спектра излучателя, спектральных характеристик элементов оптической схемы фурье-спектрометра и детектора.

Спектр пропускания, рассчитывается как отношение спектра интенсивности излучения, прошедшего через образец $S(\sigma)$, к спектру интенсивности излучения, падающего на образец $S_0(\sigma)$

$$T(\sigma) = \frac{S(\sigma)}{S_0(\sigma)}.$$

и является характеристикой, зависящей только от свойств исследуемого образца, пропускание обычно выражают в %. Из величины пропускания можно определить оптическую плотность

$$D(\sigma) = -\log T(\sigma).$$

В химических приложениях оптическую плотность обычно рассчитывают как десятичный логарифм, в физических – как натуральный.

Если выполняется закон Бугера-Ламберта-Бера, то из величины пропускания может быть рассчитан показатель (коэффициент) поглощения α из соотношения

$$T(\sigma) = \exp(-\alpha d).$$

Для образца в виде плоскопараллельной пластины, материал которой отличается от окружающей среды по коэффициенту преломления, показатель поглощения рассчитывают из соотношения, учитывающего многократные отражения от поверхностей образца

$$T = \frac{(1 - R^2) \exp(-\alpha d)}{1 - R^2 \exp(-2\alpha d)},$$

где R – коэффициент отражения от поверхности образца.

4.2 Состав фурье-спектрометра

В состав фурье-спектрометра входят оптический блок и система обработки данных.

Оптический блок включает:

- модуль интерферометра;

- камеру объектива;
- кюветное отделение;
- камеру детектора.

В состав системы обработки данных входят:

- персональный компьютер;
- принтер.

4.3 Конструкция спектрометра

Общий вид фурье-спектрометра показан на Рис. 2.

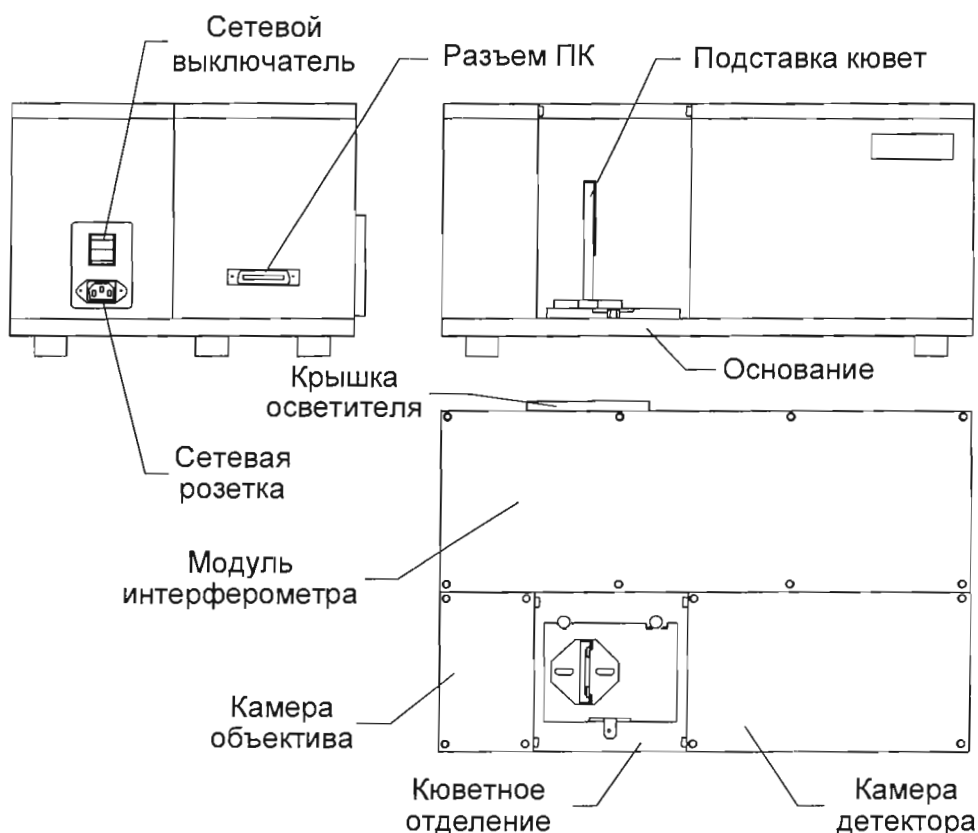


Рис. 2. Общий вид спектрометра.

Оптический блок спектрометра состоит из герметичного модуля интерферометра, кюветного отделения и камеры детектора. Модуль интерферометра включает осветитель с ИК излучателем, двухлучевой интерферометр Майкельсона, блок управления спектрометром и блок питания. Для передачи ИК излучения в стенках герметичных модулей имеются окна, прозрачные в ИК области спектра. Камера модуля интерферометра может быть снабжена вентилями для подсоединения системы продувки сухим инертным газом. Продувка камер инертным газом или их осушка с помощью силикагеля позволяет существенным образом уменьшить влияние углекислого газа и паров воды, находящихся в воздухе, на результаты измерения спектров.

Параллельное перемещение подвижного зеркала интерферометра обеспечивается использованием прецизионного подшипника скольжения и осуществляется с помощью линейного электродвигателя. Для точного отсчета оптической разности хода имеется вспомогательный референтный канал, использующий в качестве источника гелий-неоновый лазер, излучение которого регистрируется после прохождения через тот же интерферометр. Поскольку длина волны излучения гелий-неонового лазера составляет $\lambda_0=0.6328$ мкм, референтный сигнал представляет собой серию импульсов, соответствующих изменению оптической разности хода на $\lambda_0/2=0.3164$ мкм. Импульсы референтного канала используются для запуска аналого-цифрового преобразователя (АЦП).

В кюветном отделении имеется возможность устанавливать исследуемые образцы, в том числе газовые и жидкостные кюветы.

Для регистрации сигнала используется неселективный пироэлектрический ИК детектор, который размещен в модуле детектора, установленном в соответствующей камере. Сигнал детектора усиливается усилителем с программируемым коэффициентом усиления и подается на вход АЦП, запуск которого осуществляется импульсами от референтного канала.

Для управления процессом получения интерферограммы и обработки полученных данных спектрометр сопряжен с IBM совместимым ПК. Сопряжение осуществляется с помощью параллельного порта.

5 УСТРОЙСТВО И РАБОТА СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРА

5.1 Оптический блок

Оптическая схема фурье-спектрометра показана на Рис. 3.

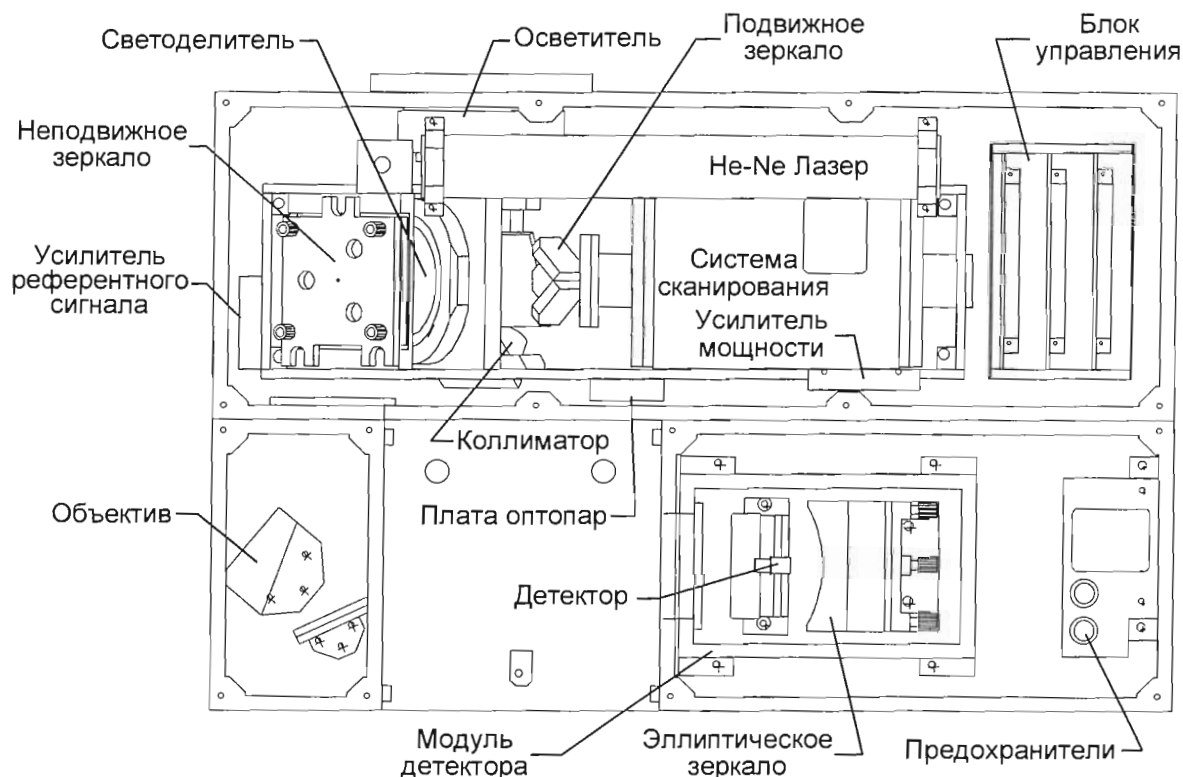


Рис. 3. Оптическая схема фурье-спектрометра.

5.1.1 Модуль интерферометра

В камере модуля интерферометра размещены блок интерферометра, осветитель, блок управления и блок питания.

Интерферометр вместе с устройством сканирования собраны на едином жестком каркасе. Для параллельного перемещения подвижного зеркала используется прецизионный подшипник скольжения, привод осуществляется с помощью линейного электродвигателя. В качестве зеркал в плечах двухлучевого интерферометра использованы ретрорефлекторы в виде уголковых отражателей. Для неподвижного зеркала предусмотрена возможность юстировки. Сменный светоделитель в оправе закреплен под углом 30° к оси светового пучка.

На блоке интерферометра установлены гелий-неоновый лазер, детектор референтного канала, оптопары-датчики границ перемещения подвижного зеркала, предварительные усилители сигнала оптопар и рефе-

рентного канала, а также усилитель мощности системы управления линейным электродвигателем. Имеется возможность юстировки элементов референтного канала.

Осветитель с ИК излучателем расположен вблизи задней стенки камеры. Излучение от него коллимируется внеосевым параболическим зеркалом и в виде параллельного пучка попадает на вход интерферометра Майкельсона. Параллельный пучок с выхода интерферометра с помощью параболического зеркала через окно направляется в камеру объектива, и далее в кюветное отделение.

5.1.2 Кюветное отделение и камера детектора.

Кюветное отделение предназначено для размещения образцов и необходимых для проведения измерений оптических приспособлений, в том числе газовых и жидкостных кювет.

В камере детектора размещается герметичный модуль детектора в котором размещены пироэлектрический детектор, эллиптическое зеркало, фокусирующее на нем ИК излучение и предусилитель системы регистрации.

5.2 Электронная часть

Электронная часть спектрометра включает:

- блок управления;
- датчики и исполнительные устройства;
- блок питания.

Структурная схема электронной части показана на Рис. 4. Схема соединений электронной части фурье-спектрометра приведена в Приложении.

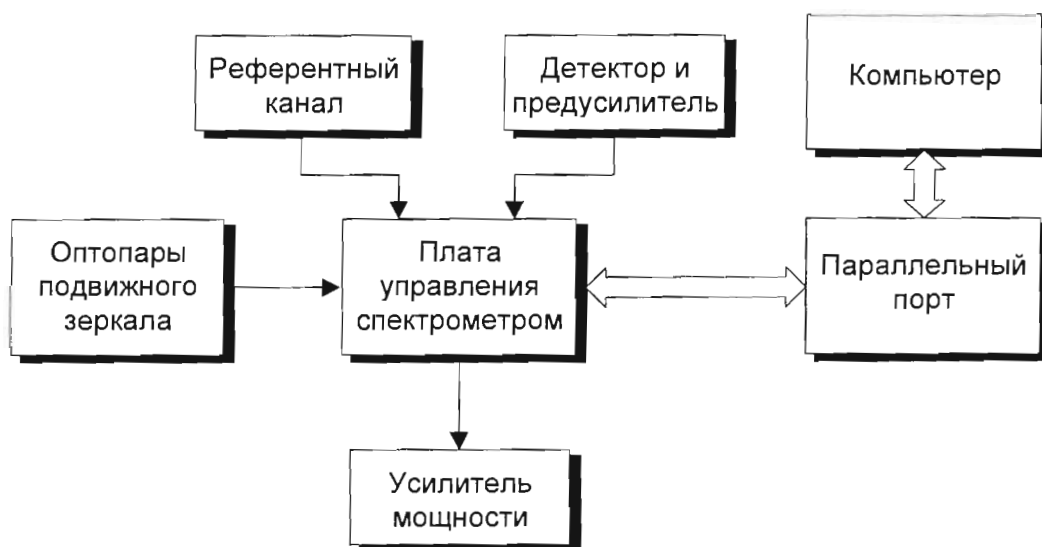


Рис. 4. Структурная схема электронных цепей спектрометра.

5.2.1 Блок управления

Блок управления предназначен для усиления и фильтрации электрического сигнала, поступающего с предусилителя детектора, установки режимов работы усилителя, а также управления сканированием подвижного зеркала интерферометра и другими исполнительными устройствами спектрометра.

Основой блока управления является плата управления спектрометром. На плате размещены:

- сигнальный процессор;
- усилитель с программируемым коэффициентом усиления, усиление изменяется в диапазоне 1–21.25;
- программируемый фильтр нижних частот с граничной частотой на уровне 3 дБ, изменяющейся в диапазоне 1–100 кГц;
- 16-битный АЦП, время преобразования 10 мкс;
- таймер и встроенный генератор;
- цепи преобразования референтного сигнала;
- цепи формирования запуска АЦП;
- цепи управления сканированием, включая цифор-аналоговый преобразователь (ЦАП);
- цепи, обеспечивающие управление интерфейсом.

Сигнал поступает с выхода предусилителя детектора на вход усилитель с программируемым коэффициентом усиления. Для увеличения отношения сигнал/шум используется программируемый фильтр нижних частот 2 порядка с рабочей граничной частотой около 1800 Гц (соответствует волновому числу 5000 см^{-1}). Далее сигнал передается на вход 16-битного параллельного АЦП. Импульсы запуска АЦП формируются из референтного сигнала.

Референтный сигнал для контроля также может подаваться на вход АЦП. В этом случае необходимо установить более высокую граничную частоту фильтра и использовать встроенный генератор для запуска АЦП.

Управление сканированием включает установку режимов линейного двигателя (ЛД) и стабилизацию скорости сканирования на активном участке при регистрации интерферограммы. Алгоритм сканирования определяется сигнальным процессором, а также сигналами, поступающими от оптопар, определяющих границы перемещения подвижного зеркала.

Стабилизация скорости сканирования также обеспечивается сигнальным процессором. Источником информации о состоянии сканирования является референтный сигнал. На основе этого сигнальный процессор вырабатывает цифровой управляющий сигнал, который с помощью ЦАП преобразуется в аналоговый и после прохождения через усилитель мощности подается на катушку ЛД.

На плате также размещены цепи управления интерфейсом, буферные схемы и цепи управления портами ввода/вывода. Для связи с компьютером используется параллельный интерфейс, работающий в стандарте EPP.

5.2.2 Блок питания

Низковольтный блок питания закреплен на основании спектрометра внутри модуля интерферометра и формирует стабилизированные напряжения +5 В, +12 В и –12 В для питания ИК излучателя, и блока управления спектрометром. Плавкие предохранители для защиты низковольтного блока питания, а также высоковольтного блока питания лазера расположены под крышкой камеры детектора. Сетевой выключатель, расположенный на правой стенке спектрометра, снабжен световой индикацией.

5.3 Система обработки данных

Система обработки данных построена на базе IBM совместимого ПК и включает принтер для получения твердых копий документов.

В качестве устройства сопряжения используется стандартный порт параллельного обмена, выполненный в стандарте EPP. Сопряжение с блоком управления осуществляется через плату управления спектрометром.

6 ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Для управления ИК фурье-спектрометром ФСМ как универсальным спектрометром используется программа *FSpec*, которая обеспечивает:

- получение интерферограмм;
- преобразование интерферограмм в спектр с использованием фазовой коррекции методом Мерца и аподизацию вида $A(x) = \cos^2(\pi x / 2x_{\max})$.
- организацию спектральной базы данных на внешних носителях информации и работу с ней;
- первичную обработку и преобразование спектров;
- представление данных в графическом виде на экране монитора или принтере;
- тестирование и настройку фурье-спектрометра.

Программа средства *FSpec* работает в операционной среде Windows 95/98.

6.1 Программа FSpec для Windows 95/98

Программа *FSpec* для операционной среды Windows 95/98 запускается выбором соответствующей команды в системном меню **Пуск**. Основные элементы окна программы показаны на Рис. 5.

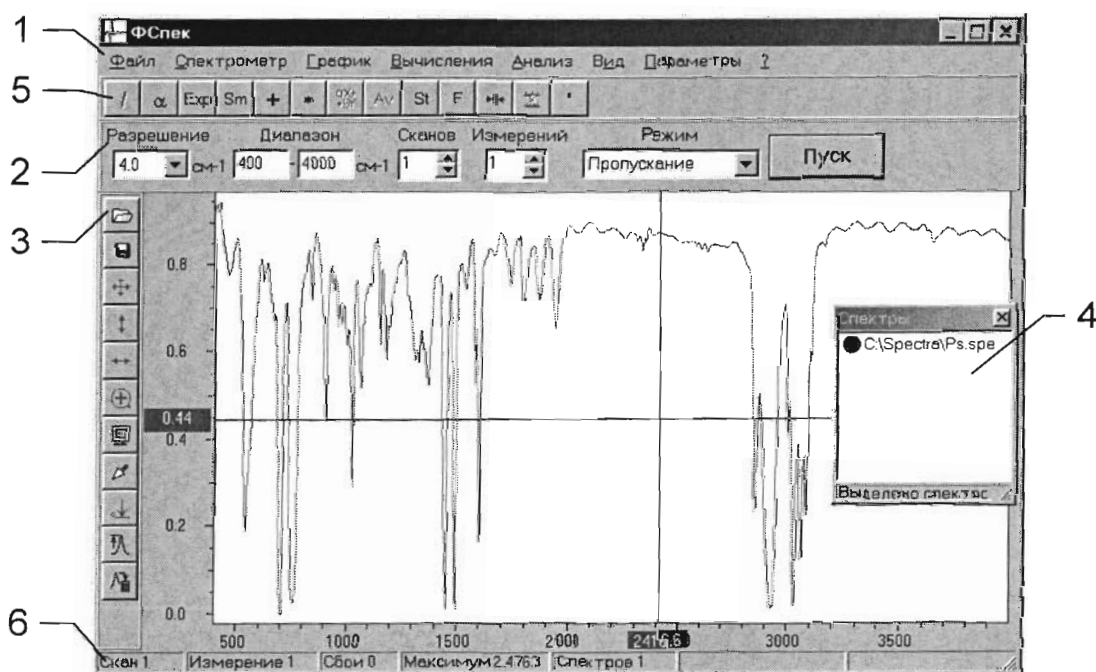


Рис. 5. Общий вид окна программы *FSpec* для Windows 95/98.

В верхней части окна находится главное меню 1. Панель **Измерения** 2 используется для установки параметров и выполнения измерения спек-

тра. В левой части окна находится панель **Команды 3**, содержащая быстрые кнопки для дублирования основных команд меню. Для визуального контроля за тем, какие данные загружены в память компьютера, удобно вызвать вспомогательное окно **Спектры 4**, содержащее название каждого спектра и указывающее цвет соответствующей линии на графике. Панель **Вычисления 5** позволяет производить математические операции со спектрами. В нижней части главного окна находится строка состояния программы 6, показывающая основные параметры работы прибора.

Управление программой осуществляется с использованием основных принципов работы в Windows 95/98. Наиболее удобным является использование мыши. Для активизации команды меню или кнопки достаточно щелкнуть левой кнопкой мыши в соответствующей области экрана. При управлении с клавиатуры используются следующие клавиши:

Alt – для входа/выхода из главного меню;

Tab – для перемещения между активными элементами окна;

←, **→**, **↓**, **↑** – для перемещения по позициям меню, подменю, строкам списков, ячейкам таблиц, для осуществления прокрутки графика в окне;

Enter – для включения текущей (активной) кнопки или команды меню, а также кнопки, активной по умолчанию (с жирной граничной рамкой или вспомогательной пунктирной);

Esc – для отказа от выполнения действия. Эквивалентно нажатию кнопок «Отмена» на панелях.

Функционирование программы возможно в режиме многозадачности, т.е. в память компьютера одновременно могут быть загружены другие приложения, например текстовый процессор Word, электронные таблицы и т.д.. Переключение между приложениями осуществляется с помощью панели задач, расположенной в нижней части экрана или клавишами

Alt + **Tab**.

При включении сканирования спектрометра доступ к командам программы и другим приложениям приостанавливается до окончания сканирования. При отключенном питании или при поломке прибора включение сканирования вызовет «зависание» компьютера на время 1–3 мин. По окончании этого интервала программа выдаст сообщение о неполадках. При «зависании» программы, не связанном со сканированием, возможно прекращение работы программы с использованием стандартного окна снятия приложений Windows 95/98, вызываемого комбинацией клавиш **Ctrl** + **Alt** + **Delete**.

При первом запуске программа предлагает выполнить регистрацию. При последующих запусках оператор, работавший с данным прибором ра-

нее, может выбрать при регистрации свое имя из ниспадающего списка, вызываемого щелчком левой кнопки мыши по кнопке в правой части окна ввода или комбинацией клавиш **Alt** + **↓**. Оператору рекомендуется также проверять системную дату и время, поскольку все эти параметры фиксируются при снятии спектра.

Назначение основных команд меню, быстрых кнопок и панелей рассматривается в следующих таблицах.

6.1.1 Команды меню

Файл	Подменю, включает команды, связанные с чтением и записью файлов данных в различных форматах, а также печатью.
Открыть	Команда, выполняет чтение файлов данных в формате программы <i>FSpec</i> или таблицы из 2-х столбцов (первый столбец – волновые числа, второй – ординаты спектра). Соответствующие спектры отображаются на экране монитора и заносятся в список спектров. Имя файлов выбирается из стандартного диалогового окна. Максимальное количество спектров, одновременно отображаемых на экране, равно 100.
Сохранить	Команда, выполняет запись файла данных в исходном формате с имеющимся именем в исходном каталоге.
Сохранить как	Команда, выполняет запись файла данных в формате программы <i>FSpec</i> или таблицы. Имя файла вводится в стандартном диалоговом окне, позволяющем выбрать или создать каталог и задать тип формата файла. Если файл с указанным именем уже существует, то на экран выводится соответствующее предупреждение. После записи файла в списке спектров отображается новое название спектра как имя файла и полный путь к нему.
Печать	Команда, выполняет печать графика, изображенного на экране монитора, с учетом заданных размеров, заголовков осей, названия графика на принтере, используемом по умолчанию. Эти параметры выбираются в открывающемся диалоговом окне, откуда можно также вызвать окно установок параметров принтера.

	Exit	Команда, осуществляет выход из программы <i>FSpec</i> . При этом выдается запрос на сохранение спектров, не записанных на диск или измененных в процессе работы.
	Спектрометр	Подменю, включает команды, связанные с процессом измерения спектра.
	Измерения	Команда, предназначена для включения панели Измерения .
	Тесты	Подменю, включает команды для тестирования спектрометра.
	Контроль юстировки	Команда, предназначена для визуального контроля настройки интерферометра, может использоваться для юстировки интерферометра. Включает периодическое сканирование подвижного зеркала с демонстрацией на графике центрального участка интерферограммы с главным максимумом. В правом верхнем углу графика и в четвертом поле строки состояния программы выводятся значения амплитуды главного максимума интерферограммы в цифровом виде. Завершение процесса осуществляется с помощью команды Стоп или кнопки Стоп в панели Измерения .
	Скорость сканирования	Команда, предназначена для контроля величины и стабильности скорости сканирования подвижного зеркала интерферометра. На экран монитора выводится график зависимости скорости сканирования от разности хода.
	Нулевая разность хода	Команда, предназначена для контроля положения главного максимума интерферограммы. На экран монитора выводится интерферограмма, отсчитываемая от начальной оптопары подвижного зеркала интерферометра.
	Шум регистрации	Команда, предназначена для контроля отношения сигнал/шум в канале регистрации основного сигнала.
	График	Подменю, включает команды, связанные с отображением спектров на экране монитора.
	Режим выделения	Команда, позволяет выделить спектры, пересекающие прямоугольник, очерченный при нажатой левой кнопки мыши.

	Выделить все	Команда, позволяет выделить все спектры, отображенные на экране монитора.
	Обратить выделение	Команда, позволяет обратить выделение спектров, отображенных на экране монитора.
	Удалить спектры	Команда, удаляет изображение спектров с экрана монитора и соответствующие им данные из оперативной памяти компьютера. Спектры выбирается из списка в диалоговом окне. Файлы, соответствующие этим спектрам, сохраняются.
	Снять выделение	Команда, позволяет снять выделение всех спектров, отображенных на экране монитора.
	Масштаб	Подменю, включает команды управления масштабом
	Исходный	Команда, устанавливает пределы осей графика в соответствии с границами диапазонов отображаемых спектров и предельными значениями массивов данных.
	Увеличить	Команда, увеличивает участок графика, ограниченный выделенным мышью прямоугольником, до размеров окна графика.
	Сжать по вертикали	Команда, увеличивает пределы графика по оси Y в два раза.
	Сжать по горизонтали	Команда, увеличивает пределы графика по оси X в два раза.
	Перерисовать	Команда, обновляет график.
	Список спектров	Команда, открывает окно Спектры , содержащее список открытых спектров.
	Быстрый просмотр	Команда, открывает окно Просмотр , позволяющее оперативно просматривать спектры, не открывая их.
	Паспорт спектра	Команда, открывает окно Паспорт , позволяющее вводить и корректировать информацию, сопровождающую спектр и сохраняемую вместе со спектром в файле формата <i>FSpec</i> .

Вычисления	Подменю, включает команды, связанные с математической обработкой спектров.
Отношение	Команда, выполняет расчет отношения спектров, которые выбираются из отображенных на экране монитора. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Первый выбранный спектр является делимым, второй – делителем. При выборе в качестве делимого или делителя группы спектров операция будет проведена с каждым из них, второй операнд должен быть одиночным спектром. Результат расчета отношения заносится на место первого спектра, если операндами являются единичные спектры или первым операндом является группа спектров, на место второго спектра – если вторым операндом является группа спектров. Результат может быть сохранен как новый спектр. Отношение может быть определено только для спектров с одинаковым шагом, в общем для обоих спектров диапазоне.
Поглощение	Команда, выполняет расчет показателя поглощения (оптической плотности) по спектру пропускания. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Параметры, необходимые для расчета – толщина образца, показатель преломления (или коэффициент отражения) – вводятся в панели Вычисления . Для расчета оптической плотности необходимо ввести для толщины образца и показателя преломления значения равные 1. После ввода параметров необходимо нажать кнопку [=] или клавишу Enter . Результат расчета заносится на место исходного спектра. Операция применима к группе спектров.

Пропускание	Команда, выполняет расчет пропускания по спектру показателя поглощения (оптической плотности). Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Параметры, необходимые для расчета – толщина образца, показатель преломления (или коэффициент отражения) – вводятся в панели Вычисления . Для расчета пропускания по значениям оптической плотности необходимо ввести для толщины образца и показателя преломления значения равные 1. После ввода параметров необходимо нажать кнопку = или клавишу Enter . Результат расчета заносится на место исходного спектра. Операция применима к группе спектров.
Сглаживание	Команда, выполняет сглаживание спектра с использованием функции Гаусса заданной ширины. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Поле ввода параметра открывается в панели Вычисления . Результат расчета заносится на место исходного спектра. Операция применима к группе спектров.
Сложение с константой	Команда, выполняет сложение спектра с заданной константой. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Поле ввода константы открывается в панели Вычисления . Результат расчета заносится на место исходного спектра. Операция применима к группе спектров.
Умножение на константу	Команда, выполняет умножение спектра на заданную константу. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Поле ввода константы открывается в панели Вычисления . Результат расчета заносится на место исходного спектра. Операция применима к группе спектров.

Линейная комбинация	Команда, выполняет сложение двух спектров с заданными коэффициентами. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Поля ввода коэффициентов открываются в панели Вычисления . Результат расчета сохраняется в виде нового спектра. Любой из операндов может быть группой спектров, операция будет проведена с каждым из них, второй операнд должен быть одиночным спектром. Результат расчета отношения заносится на место первого спектра, если операндами являются единичные спектры или первым операндом является группа спектров, на место второго спектра – если вторым операндом является группа спектров. Результат может быть сохранен как новый спектр. Линейная комбинация может быть определена только для спектров с одинаковым шагом, в общем для обоих спектров диапазоне.
Усреднение	Команда, находит среднее арифметическое группы спектров. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Результат расчета сохраняется в виде нового спектра.
Статистический анализ	Команда, выполняет расчет среднего арифметического значения и стандартного отклонения для выбранного участка спектра.
Фурье-преобразование	Команда, осуществляет преобразование интерферограммы в спектр интенсивности, включая аподизацию и фазовую коррекцию. Операция применима к группе интерферограмм.
Область определения	Команда, осуществляет переопределение границ диапазона спектра. Новые границы диапазона могут лежать только внутри исходного диапазона. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Поля ввода границ открываются в панели Вычисления . Операция применима к группе спектров.
Согласование шага	Команда, осуществляет переопределение шага по спектру. Новый шаг по спектру определяется по выбранному спектру-образцу. Выбор спектров осуществляется в диалоговом окне. Операция применима к группе спектров.

	Производная	Команда, осуществляет вычисление производной для выбранного спектра. Операция применима к группе интерферограмм.
	Анализ	Подменю, включает команды, связанные с поиском пиков.
	Таблица пиков	Команда, показывает таблицу пиков.
	Поиск максимума	Команда, включает режим поиска максимумов в выбранном спектре.
	Поиск минимума	Команда, включает режим поиска минимумов в выбранном спектре.
	Поиск пиков	Команда, осуществляет автоматический поиск линий поглощения в выбранном спектре.
	Печать таблицы	Команда, осуществляет печать таблицы пиков.
	Копирование таблицы	Команда, осуществляет копирование таблицы пиков в системный буфер Windows.
	Очистка таблицы	Команда, осуществляет очистку таблицы пиков.
	Вид	Подменю, включает команды, связанные с изменением вида интерфейса программы.
	Измерения	Команда, предназначена для включения / выключения панели Измерения .
	Вычисления	Команда, предназначена для включения / выключения панели Вычисления .
	Параметры	Подменю, включает команды, связанные с настройкой программы.
	Эксперимент	Команда, предназначена для вызова диалогового окна установки параметров эксперимента.
	Программа	Команда, предназначена для вызова диалогового окна установки параметров программы.
	Регистрация	Команда, открывает окно Регистрация , позволяющее занести имя оператора и скорректировать системное время.
	?	Подменю, включает команды вызова справки и паспорта программы.
	Вызов справки	Команда, предназначена для вызова справки.
	О программе	Команда, предназначена для отображения паспорта программы.

6.1.2 Быстрые кнопки

Кнопка	Действие
Панель Вычисления	
Отношение спектров	Выполняет команду Отношение
Коэффициент поглощения	Выполняет команду Поглощение
Пропускание	Выполняет команду Пропускание
Сглаживание	Выполняет команду Сглаживание
Сложение с константой	Выполняет команду Сложение с константой
Умножение на константу	Выполняет команду Умножение на константу
Линейная комбинация	Выполняет команду Линейная комбинация
Среднее арифметическое	Выполняет команду Усреднение
Статистика	Выполняет команду Статистический анализ
Фурье-преобразование	Выполняет команду Фурье-преобразование
Изменение области определения	Выполняет команду Область определения
Согласование шага спектров	Выполняет команду Согласование шага
Первая производная	Выполняет команду Производная
Панель Команды	
Открыть файл	Выполняет команду Файл / Открыть
Сохранить спектр	Выполняет команду Файл / Сохранить
Исходный масштаб	Выполняет команду График / Масштаб / Исходный
Сжать по вертикали	Выполняет команду График / Масштаб / Сжать по вертикали
Сжать по горизонтали	Выполняет команду График / Масштаб / Сжать по горизонтали
Увеличить выделенный прямоугольник	Выполняет команду График / Масштаб / Увеличить
Перерисовать	Выполняет команду График / Перерисовать
Выделить спектры	Выполняет команду График / Режим выделения

Кнопка	Действие
Показать нулевой уровень	Устанавливает предельные значения по оси ординат так, чтобы на графике была видна нулевая ордината
Таблица пиков	Выполняет команду Таблица пиков , в нажатом состоянии периодически переключает состояния Поиск максимума / Поиск минимума
Поиск пиков	Выполняет команду Поиск пиков

6.1.3 Активные элементы панели **Измерения**.

Разрешение	Поле ввода с ниспадающим списком, позволяет установить необходимое значение спектрального разрешения. Значение запоминается при выходе из программы.
Диапазон	Два поля ввода, позволяют установить границы рабочего диапазона. Значение запоминается при выходе из программы.
Сканов	Поле ввода, позволяет установить необходимое значение числа сканов. Значение запоминается при выходе из программы.
Измерений	Поле ввода, позволяет установить необходимое значение числа измерений в серии. Значение запоминается при выходе из программы. При проведении серии измерений программа предложит задать шаблон для имен файлов, в которых будут сохранены спектры. При записи каждого файла к шаблону будет добавлен номер измерения.
Режим	Поле ввода с ниспадающим списком, позволяет выбрать режим измерения: спектр пропускания (измеряется в два этапа: спектр сравнения, затем спектр образца), спектр интенсивности или интерферограмма. Значение запоминается при выходе из программы.
Пуск/Стоп	Кнопка в панели Измерения , включает/выключает систему сканирования спектрометра. Заменяется нажатием клавиши Enter

6.1.4 Активные элементы окон диалога.

Параметры эксперимента (все значения запоминаются при выходе из программы)	
Снимать перед каждым образцом	Переключатель, выбор означает, что спектр сравнения будет сниматься при каждом измерении.
Снимать перед серией	Переключатель, выбор означает, что при проведении серии измерений спектр сравнения будет сниматься только при первом измерении.
Использовать старый	Переключатель, выбор означает, что спектр сравнения при измерении спектра пропускания не снимается, а используется снятый ранее или прочитанный из файла <i>\$stand.spe</i> .
Автозапись перед серией	Флажок, установка означает, что при проведении первого измерения в серии спектр сравнения будет автоматически сохранен в файле под именем: «шаблон»+ <i>f.spe</i> .
Показать на графике	Флажок, установка означает, что спектр сравнения будет отображаться на графике.
Запрашивать образец	Флажок, установка означает, что перед каждым измерением программа будет запрашивать установку образца.
Показать каждый спектр серии	Флажок, установка означает, что каждый спектр серии останется в памяти компьютера и на графике. В противном случае спектры будут сохранены только в файлах.
Стирать старый спектр новым	Флажок, установка означает, что последний измеренный или прочитанный из файла спектр при следующем измерении будет заменен в памяти новым спектром.
Фурье-преобразование сканов	Флажок, установка означает, что при снятии многосканового спектра программа произведет фурье-преобразование интерферограммы каждого скана и усреднит спектры интенсивности, а не интерферограммы.
Симуляция спектрометра	Флажок, установка означает, что вместо реального измерения будет производиться считывание записанной в файле интерферограммы. Симуляция возможна при разрешении 1 или 4 см ⁻¹ .

Знак интерферограммы	Поле выбора, «+» означает, что полученная интерферограмма используется в исходном виде, «-» – будет инвертирована.
Коэффициент усиления	Поле ввода, позволяет установить коэффициент усиления.
Сигнальный канал	Поле выбора, позволяет установить номер сигнального канала: 0 – основной детектор; 1 – дополнительный детектор; 2 – референтный сигнал.
Номер LPT порта	Поле выбора, позволяет установить номер используемого LPT порта
Референтный канал	Поле выбора, позволяет установить номер референтного канала: 0 – основной референтный сигнал; 2 – референтный сигнал с 2-кратной выборкой; 4 – счетчик.
Ожидание готовности	Поле ввода, позволяет установить количество опросов в цикле ожидания поступления данных.
Пропуск, точек	Поле ввода, позволяет установить количество «холостых» точек в начале скана.
-3dB of Filter	Поле ввода, позволяет установить граничную частоту фильтра нижних частот.
Кратность выборки	Поле выбора, позволяет установить кратность выборки интерферограммы.
Filter correction	Поле ввода, позволяет установить корректирующий коэффициент фильтра нижних частот
Поиск максимума	Флажок, установка означает, что главный максимум интерферограммы помещается в стандартное положение.
Оптопары включены	Флажок, установка означает, что отсчет точек интерферограммы производится от начальной оптопары подвижного зеркала.
Приоритет задачи	Поле выбора, позволяет установить приоритет задачи
Приоритет потока	Поле выбора, позволяет установить приоритет потока
Параметры программы (все значения запоминаются при выходе из программы)	
Держать масштаб спектров	Флажок, установка означает, что границы видимой на графике области не будут изменяться при получении новых спектров или открытии новых файлов.

Инвертировать ось X	Флажок, установка означает, что отсчет по оси волновых чисел будет производиться справа налево.
Ускорение отображения	Флажок, установка означает, что ускорится отображение при большой доле «закрашиваемой» площади графика на компьютере с быстрым процессором.
Шкала в нм	Флажок, установка означает, что используется шкала, выраженная в нм.
Включать символ операции в имя	Флажок, установка означает, означает, что к имени спектра, измененного в результате математической операции, в списке спектров будет добавлен условный символ данной операции.
Отключить сброс операций	Флажок, установка означает, означает, что возможно многократное выполнение математических операций над одной и той же группой спектров с использованием различных значений коэффициентов. Применимо к операциям: сглаживание, сложение, умножение, линейная комбинация, статистический анализ, область определения.
Десятичный логарифм	Флажок, установка означает, что используется десятичный логарифм при вычислении поглощения и оптической плотности.
Уровень шума	Поле ввода, задает порог, ниже которого экстремумы считаются шумом и игнорируются.
Выбрать цвет фона	Кнопка, вызывает стандартный диалог выбора цвета для изменения цвета фона графика.
Отключить звук	Флажок, установка означает, что программа не будет использовать звуковые сигналы.
Матричный принтер	Флажок, установка Унеобходима для правильной печати вертикальных надписей при использовании матричного принтера
Регистрация	
Введите фамилию оператора	Поле ввода, предназначено для занесения имени оператора.
Коррекция	Кнопка, вызывает стандартное окно Дата и время .

6.2 Форматы файлов, паспорт спектра

Для сохранения данных в программе *FSpec* используется 2 вида файлов: файлы вида **.spe*, сохраняемые в специальном формате программы *FSpec* и файлы вида **.dat*, сохраняемые в ASCII формате.

Файлы вида **.spe* представляют собой файл записей. Каждая запись начинается меткой **##**, за которой следует идентификатор записи (например, TITLE), затем знак = и далее значение в текстовом представлении, заканчивающееся кодами 0D 0A. После записи **##\$YDATA=SINGLE(Y..Y)** следуют ординаты точек в двоичном представлении. Пример файла вида **.spe*:

```
##$FORMAT=  
##TITLE=  
##DATA TYPE=  
##RESOLUTION=3.858  
##ORIGIN=  
##$OPERATOR'S NAME=  
##OWNER=  
##DATE=  
##TIME=  
##SPECTROMETER/DATA SYSTEM=  
##SAMPLE DESCRIPTION=  
##SAMPLING PROCEDURE=  
##PATH LENGTH=  
##PRESSURE=  
##TEMPERATURE=  
##$BACKGROUND=  
##DATA PROCESSING=  
##XUNITS=  
##YUNITS=  
##XFACTOR=0.000000  
##YFACTOR=0.000000  
##FIRSTX=650.090027  
##LASTX= 3999.886333  
##NPOINTS=6947  
##$YDATA=SINGLE(Y..Y)  
...  
ординаты в двоичном представлении  
...  
##END=
```

Часть полей, предусмотренных форматом *FSpec*, заполняется программой автоматически, другая часть может быть определена оператором с помощью паспорта. Паспорт предъявляется для заполнения сразу после измерения спектра, а также может быть вызван по команде **График/Паспорт спектра** или двойным щелчком левой кнопки мыши по

имени спектра в окне **Спектры**. Вид окна паспорта для второго случая показан на Рис. 6

Паспорт	
Спектр	Рз.spe
Заголовок	Полистирол
Формат записи	СПБИ-1
Тип данных	Спектр пропускания
Разрешение	3.858
Лаборатория	
Оператор	Иванов
Собственность	
Дата	31.01.2000
Время	16:14:34
Мерка прибора	ФСМ1201
Описание образца	Пленка
Процедура измерения	
Толщина образца	25 мкм
Давление в образце	
Температура	
Образец сравнения	
Обработка данных	

До Отменить

Рис. 6. Вид окна **Паспорт**, вызываемого командой **График/Паспорт спектра**.

Файлы вида ***.dat** представляют собой текстовые ASCII файлы, где данные располагаются в виде таблицы из двух столбцов. Первый столбец содержит волновые числа, значения которых должны быть выбраны с постоянным шагом, второй – ординаты спектральной зависимости:

```
5.324179E+23.4883955E-01
5.343470E+22.8712326E-01
5.362760E+22.3105687E-01
5.382051E+21.9790547E-01
5.401341E+21.8726771E-01
5.420632E+21.9640833E-01
5.439922E+22.1060917E-01
5.459213E+22.3363562E-01
```

Файлы такого вида могут быть прочитаны стандартными программами обработки данных такими, например, как MS Excel и другими, предполагающими работу с электронными таблицами.

7 РАБОТА НА ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЕ

7.1 Условия эксплуатации и хранения фурье-спектрометра

Фурье-спектрометр должен эксплуатироваться в помещении, удовлетворяющем требованиям, предъявляемым к лабораторным помещениям:

температура окружающей среды:	10–35°C;
атмосферное давление:	84–106.7 кПа (630–800 мм рт. ст.);
относительная влажность (при T=25°C):	20–80%;
электрическое питание:	220(–33/+22) В, (50±0.5) Гц

Фурье-спектрометр должен храниться в закрытом помещении при температуре от +5°C до +35°C и относительной влажности воздуха не более 85%. Фурье-спектрометр может транспортироваться всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах на любые расстояния в соответствии с утвержденными правилами.

Для обеспечения нормальной работы прибора стол с фурье-спектрометром должен устанавливаться на жестком полу в помещении с низким уровнем вибраций.

Фурье-спектрометр должны быть подключен к сети переменного однофазного тока 220 В, 50 Гц. При использовании продувки камер спектрометра с целью снижения влияния поглощения атмосферной влаги и углекислого газа необходима сеть сжатого осушенного воздуха или азота.

7.2 Подготовка фурье-спектрометра к работе

Перед включением спектрометр должен быть подключен соответствующими кабелями к разъему LPT порта ПК и сети переменного однофазного тока 220 В, 50 Гц (см. Рис. 7). Включение электрического питания осуществляется сетевым выключателем, расположенным на правой стенке фурье-спектрометра (Рис. 7). При наличии электрического питания загорается световая индикация сетевого выключателя. Для устойчивой работы фурье-спектрометра требуется прогреть его во включенном состоянии не менее 30 мин. Включение ПК может осуществляться независимо от спектрометра. После включения ПК и запуска управляющей программы *FSpec*, управление фурье-спектрометром полностью осуществляется с клавиатуры компьютера.

Оперативный контроль работоспособности фурье-спектрометра осуществляется в программе *FSpec* с помощью команды **Спектрометр/Тесты/Контроль юстировки**. В результате выполнения этой команды на экран монитора с периодом 1-2 с выводится центральная часть интерферограммы, включая главный максимум, как показано на Рис. 8. В правом верхнем углу графика индицируется значение главного максимума интерферограммы. Прибор можно считать готовым к работе, если ампли-

туда главного максимума составляет не менее 80% от максимальной, которая при настройке прибора устанавливается в пределах 2.0-3.0.

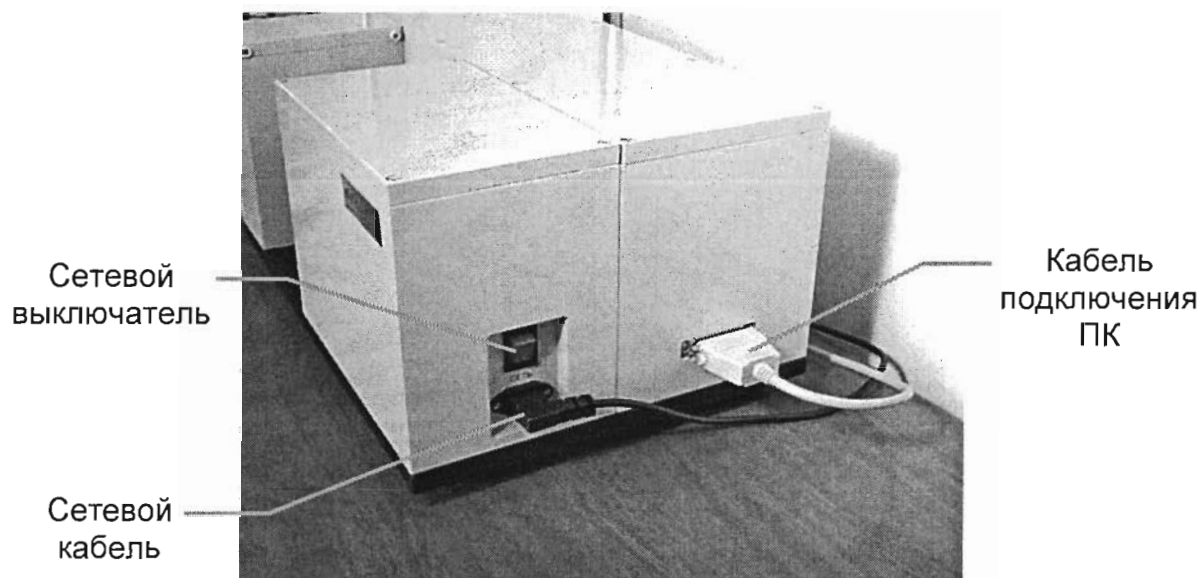


Рис. 7. Подключение спектрометра.

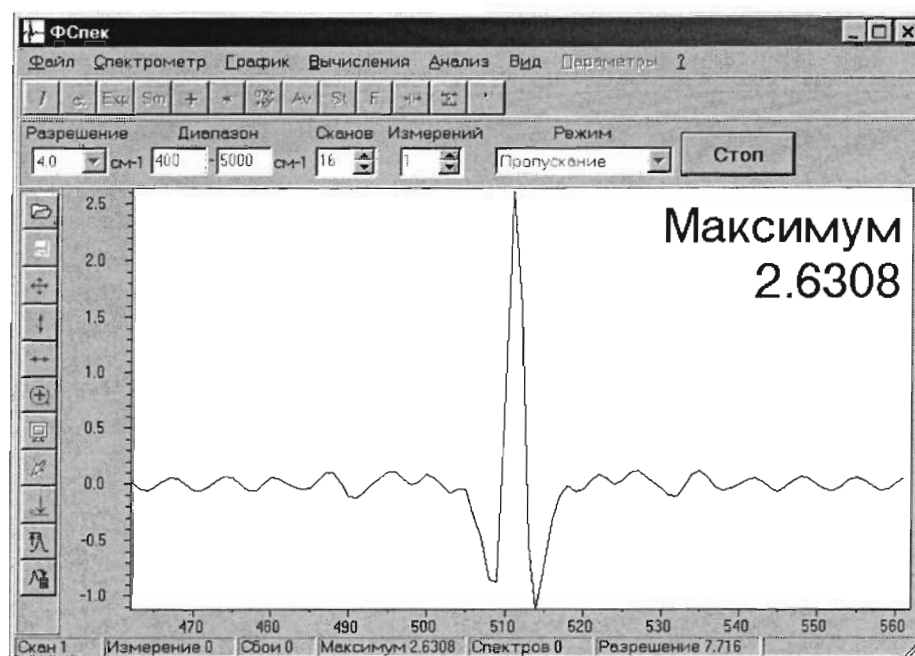


Рис. 8. Вид главного окна *FSpec* режиме **Контроль юстировки**.

В том случае, если при достаточно длительном прогреве (1.5–2 часа) амплитуда главного максимума не достигает необходимого минимального значения 2.0, требуется настройка прибора. Такая настройка включает юстировку интерферометра и установку коэффициента усиления.

Юстировка должна осуществляться персоналом, прошедшим специальное обучение по обслуживанию фурье-спектрометра. Для выполнения юстировки необходимо открыть верхнюю крышку модуля интерферометра (Рис. 3).

Внимание! при открытой крышке люка следует избегать прикосновений к оптическим элементам, особенно светоделителю, т.к. в результате этого может произойти существенная разъюстировка фурье-спектрометра или повреждение поверхности оптического элемента. Особые предосторожности необходимы по отношению к светоделителю, который изготовлен из кристалла бромистого калия (KBr), являющегося мягким гигроскопическим материалом. Повреждение светоделителя может привести к полной потере фурье-спектрометром работоспособности.

Далее выполняется команда **Контроль юстировки**, позволяющая визуально контролировать амплитуду главного максимума интерферограммы. Юстировка осуществляется путем поочередного вращения в небольших пределах юстировочных винтов неподвижного зеркала интерферометра (Рис. 9) при постоянном контроле амплитуды интерферограммы на экране дисплея (Рис. 8). После каждого поворота винтов необходимо делать паузу, пропустив 1–2 скана, чтобы учесть инерционность системы.

Внимание! Бесконтрольный поворот юстировочных винтов может привести к полной разъюстировке интерферометра, после чего юстировка может быть восстановлена только специалистом.

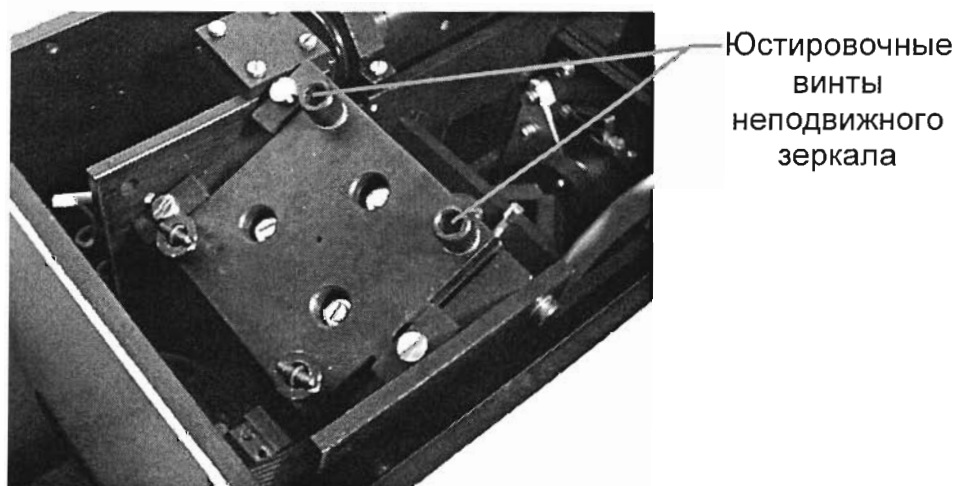


Рис. 9. Расположение юстировочных винтов неподвижного зеркала интерферометра.

Юстировка завершается при достижении максимальной амплитуды главного максимума интерферограммы. Для завершения команды **Контроль юстировки** необходимо нажать кнопку **Стоп** или клавишу **Esc**. Если в процессе юстировки амплитуда главного максимума интерферо-

граммы превысит максимально допустимое значение 3.0, необходимо приостановить юстировку, установить в панели **Параметры эксперимента** меньшее значение коэффициента усиления, после чего продолжить юстировку. Если полученное максимальное значение амплитуды главного максимума интерферограммы оказывается меньше 2.0, необходимо соответствующим образом увеличить коэффициент усиления. После завершения операции юстировки необходимо закрыть верхнюю крышку модуля интерферометра.

Для выключения фурье-спектрометра необходимо выключить питание сетевым выключателем (Рис. 1). В нерабочем состоянии вилка питания сетевого кабеля должна быть отключена от сети во избежание случайного включения прибора.

7.3 Проведение измерений

Измерение спектров осуществляется с помощью программы *FSpec*. Прежде, чем начать измерение, необходимо выбрать режим и значения основных параметров. Имеется три режима измерений: **пропускание**, **интенсивность** и **интерферограмма**. Режим и значения основных параметров (спектральное разрешение, спектральный диапазон, число сканов) устанавливаются в панели **Измерения** (Рис. 10). После загрузки программы устанавливаются значения параметров, сохраненные в предыдущем сеансе в файле *FSpec.ini*, который размещается в каталоге *C:\Windows*.



Рис. 10. Панель **Измерения**.

При измерении спектра пропускания рассчитывается отношение спектров интенсивности излучения прошедшего через образец к спектру интенсивности излучения падающего на образец, так называемый спектр сравнения. Таким образом можно получать собственно спектры пропускания, когда спектр сравнения снимают при отсутствии образца в канале, или спектр относительного пропускания, когда спектр сравнения снимают, установив в канале образец сравнения, например пустую кювету или кювету с растворителем.

Процесс получения спектра пропускания состоит из 2-х этапов. Измерение начинается нажатием кнопки **Пуск**. Если в панели **Параметры эксперимента** установлен флажок **Запрашивать образец**, то перед началом сканирования будет выведен запрос «Установите образец сравнения». После этого необходимо освободить канал от образцов или установить образец сравнения и нажать кнопку **ОК**. Далее программа выводит запрос

«Установите измеряемый образец». Необходимо установить измеряемый образец и нажать кнопку **ОК**. После завершения сканирования для заполнения выводится окно паспорта в краткой

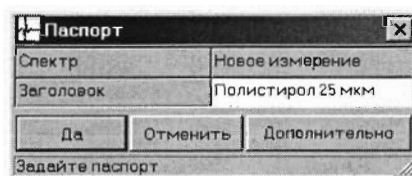


Рис. 11. Краткая форма паспорта.

или длинной форме

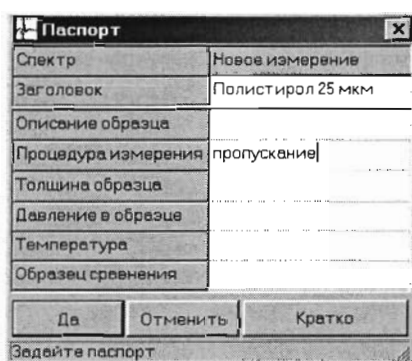


Рис. 12. Длинная форма паспорта.

Спектр сравнения, запоминается в файле *\$stand.spe*, размещаемом в том же каталоге, что и управляющая программа *FSpec*. Он снимается при каждом измерении, если установлен флажок **Снимать перед каждым образцом**. Если установлен флажок **Использовать старый**, то программа проверяет наличие спектра сравнения в файле *\$stand.spe* и время его получения. Если давность имеющегося спектра сравнения не превышает 2 мин., то программа автоматически использует его для расчета пропускания, пропуская соответствующий этап измерения. Если давность спектра сравнения превышает 2 мин., программа выдает оператору сообщение, содержащее информацию о времени получения имеющегося спектра сравнения, и позволяет оператору принять решение о том использовать его или провести измерение нового. Если спектр сравнения снят более 5 мин. назад, то его использование может повлечь заметные погрешности в измерении коэффициента пропускания. Спектр сравнения можно вывести на экран, установив флажок **Показать на графике**.

Получение спектров интенсивности и интерферограмм, в отличие от спектров пропускания, выполняется за один этап.

Исследуемые образцы размещаются в кюветном отделении (Рис. 13). Фокус пучка ИК излучения расположен примерно в 55 мм от стенки каме-

ры объектива на высоте 100 мм от дна кюветного отделения. На дне кюветного отделения имеются специальные опоры и винт для фиксированной установки подставки для кювет или других приставок и приспособлений, предназначенных для измерения спектров.

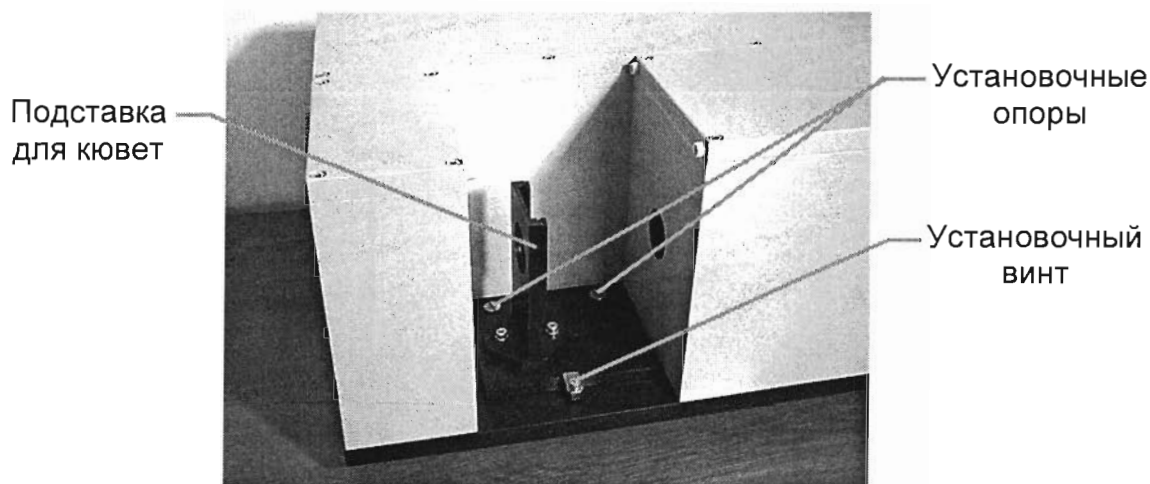


Рис. 13. Кюветное отделение.

Используя соответствующие держатели можно измерять спектры пропускания твердых образцов, имеющих форму плоскопараллельных пластин. Для исследования жидких образцов используются разборные и неразборные кюветы с толщиной в пределах от нескольких микрон до нескольких сантиметров. Для исследования газовых сред используются газовые кюветы с оптическим путем от долей сантиметра до нескольких десятков метров. Для практической реализации оптического пути более 10 см обычно применяются так называемые многоходовые кюветы, в которых световой пучок, многократно отражаясь системой зеркал, остается в пределах сравнительно небольшого объема кюветы.

Специальные оптические приставки позволяют получать на ИК фурье-спектрометре типа ФСМ другие виды спектров (Таблица 1).

Таблица 1. Основные типы оптических приставок.

Тип оптической приставки	Вид получаемого спектра
Приставка зеркального отражения	Спектр отражения
Приставка диффузного отражения	Спектр диффузного отражения
Приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения (МНПВО)	Спектр МНПВО

7.4 Тестирование фурье-спектрометра.

Кроме команды **Контроль юстировки**, программа *FSpec* предусматривает ряд других команд тестирования. Все эти команды расположены в разделе меню **Спектрометр/Тесты**.

Команда **Скорость сканирования** позволяет определить численное значение скорости сканирования подвижного зеркала интерферометра и степень ее стабильности. Результаты теста выводятся в окне «Тест скорости сканирования» и содержат:

- среднее значение скорости, см/с;
- стандартное отклонение скорости от среднего, см/с;
- относительное стандартное отклонение.

Команда **Нулевая разность хода** позволяет определить положение нулевой разности хода для подвижного зеркала интерферометра. Результат теста выводятся в окне «Тест нулевой разности хода» и показывает положение главного максимума интерферограммы, отсчитанное от начальной оптопары, выраженное числом отсчетов.

Команда **Шум регистрации** позволяет определить характеристики шума регистрации для линии 100% пропускания. Результаты теста выводятся в окне «Статистический анализ» и содержат:

- интервал волновых чисел, см⁻¹;
- количество точек спектра в заданном интервале;
- среднее значение пропускания;
- стандартное отклонение для пропускания;
- отношение сигнал/шум.

Заданный интервал волновых чисел по умолчанию – 1950–2050, см⁻¹

7.5 Замена излучателя

В спектрометре используется тепловой ИК излучатель с температурой излучающего элемента около 1200°C. Излучатель является расходным элементом, так как в процессе эксплуатации подвергается термической деградации, которая проявляется в постепенном снижении интенсивности излучения и полезного сигнала, и в конечном итоге приводит к выходу излучателя из строя.

Для замены излучателя необходимо выключить питание прибора и подождать время необходимое для охлаждения излучателя (10–15 мин.). После этого на задней стенке спектрометра необходимо снять крышку излучателя (Рис. 14), отвинтить 4 винта крепления и осторожно вынуть излучатель из гнезда, держась за вспомогательные винты, завинченные в установочное кольцо. Новый излучатель необходимо так же осторожно вставить в гнездо, при этом установочное кольцо должно плотно лечь на соответствующую поверхность и завинтить 4 винта крепления, после чего установить крышку излучателя на место.

Внимание! При обращении с излучателем не рекомендуется касаться руками керамического тела излучателя.

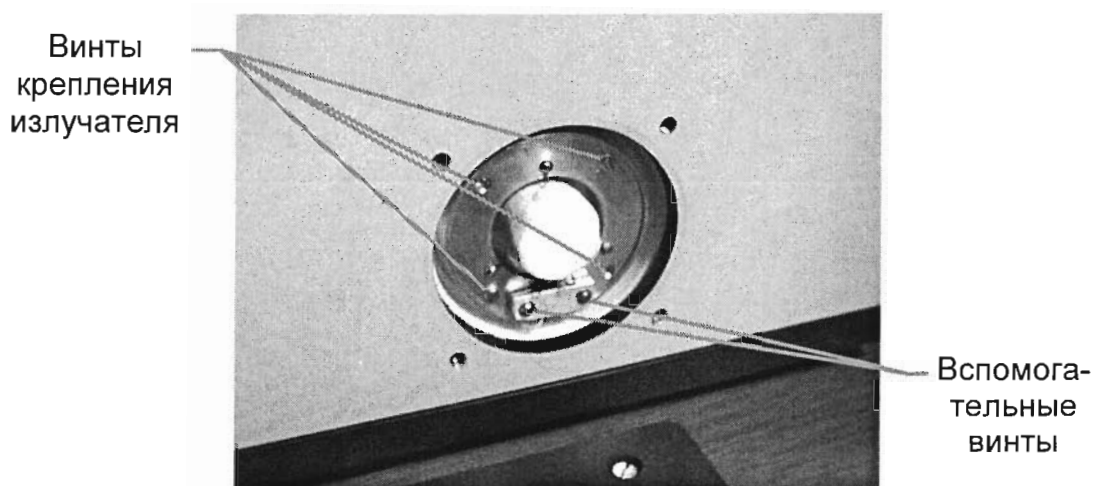


Рис. 14. К замене излучателя.

7.6 Проверка и замена плавких предохранителей

Плавкие предохранители расположены в камере детектора (Рис. 2). Для их проверки и замены необходимо снять крышку камеры детектора. Для проверки предохранителя его надо извлечь из гнезда и проверить тестером сопротивление. Предохранитель 1.0 А предназначен для защиты источника питания лазера, предохранитель 2.0 А – для защиты источника питания электронной части спектрометра.

7.7 Требования техники безопасности

Фурье-спектрометр соответствует общим требованиям безопасности электрического лабораторного оборудования по ГОСТ Р 52319-2005.

Требования техники безопасности при эксплуатации фурье-спектрометра соответствуют «Межотраслевым правилам по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» ПОТ Р М-016-2001.

К работе со спектрометром допускаться персонал, ознакомившийся с «Руководством по эксплуатации», прошедший обучение-инструктаж в фирме-производителе ООО «Инфраспек» или у её сервис-инженеров при выполнении пусконаладочных работ.

8 ПРИЛОЖЕНИЕ

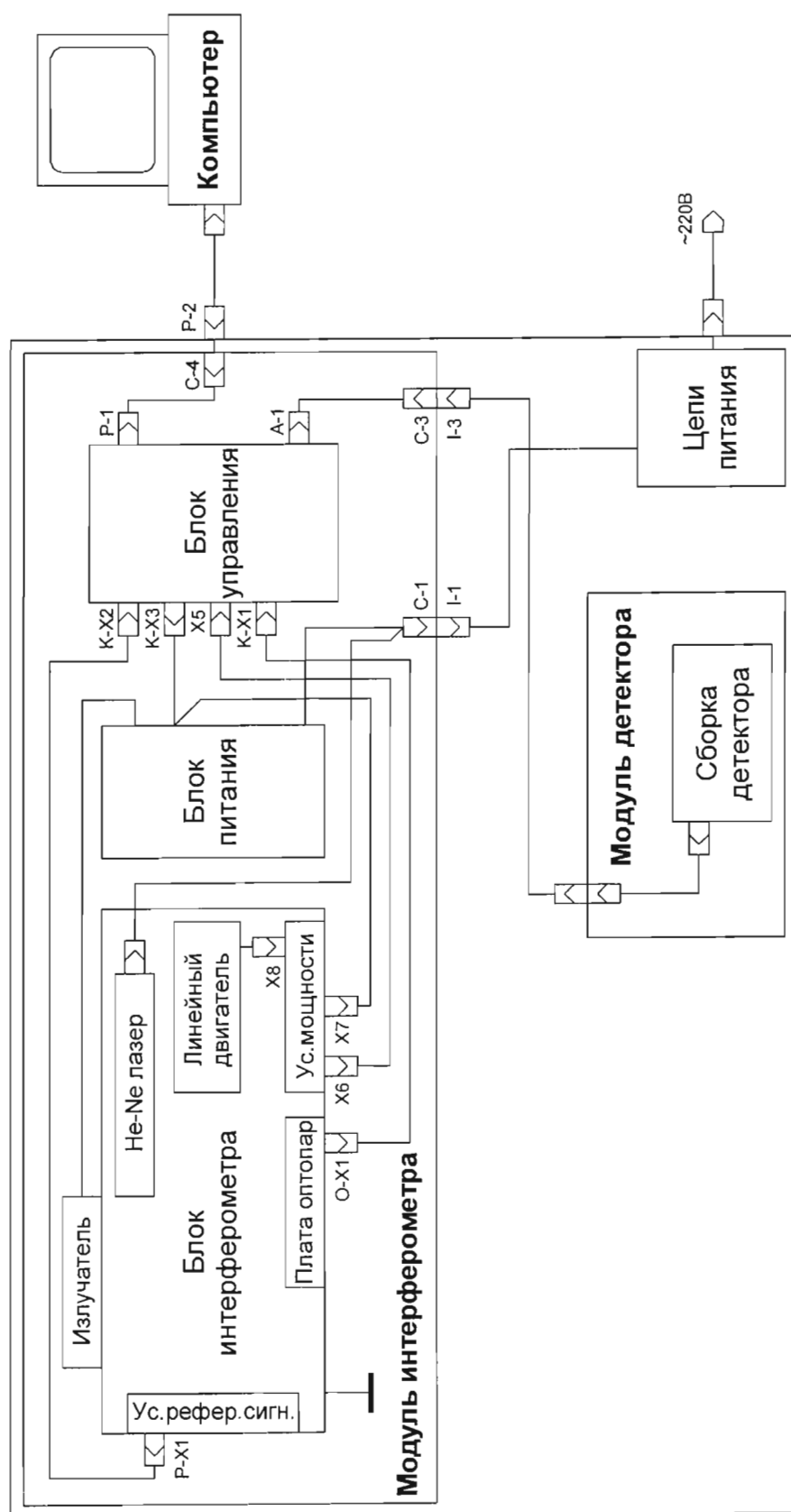


Рис. 15. Фурье-спектрометр ФСМ. Схема соединений.

9 ЛИТЕРАТУРА

- 1 Р.Дж.Белл. Введение в фурье-спектроскопию. М., Мир, 1975.
- 2 Светосильные спектральные приборы. Ред. К.И.Тарасов, М., Наука, 1988.

« И Н Ф Р А С П Е К »

ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТР

ФСМ 1202

П а с п о р т

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ ОБ ИЗДЕЛИИ

Фурье-спектрометр инфракрасный «ФСМ» исполнение 1202 выпущен предприятием ООО «Инфраспек». Заводской номер 120476.

Фурье-спектрометр предназначен для регистрации и исследования оптических спектров в инфракрасной области, а также для количественного анализа и контроля качества продукции в химической, нефтехимической, фармацевтической, пищевой и парфюмерной промышленности, осуществления экологического контроля, криминалистической и др. видов экспертиз.

Фурье-спектрометр должен эксплуатироваться в помещении, удовлетворяющем требованиям, предъявляемым к лабораторным помещениям:

температура окружающей среды: 10–35°C;

атмосферное давление: 84–106.7 кПа (630–800 мм рт. ст.);

относительная влажность (при T=25°C): 20–80%;

электрическое питание: 220(–33/+22) В, (50±0.5) Гц.

Для обеспечения нормальной работы прибора стол с фурье-спектрометром должен устанавливаться на жестком полу в помещении с низким уровнем вибраций.

2. ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Характеристики спектрометра:

Рабочая область спектра, см⁻¹ – 400–7800

Спектральное разрешение, см⁻¹ – 0.5

Абсолютная погрешность градуировки шкалы
волновых чисел, не более, см⁻¹ – ±0.1

Отклонение линии 100% пропускания от номинального значения
(1950–2050 см⁻¹, разрешение 4 см⁻¹, 20 сканов), не более, % – ±0.5

Среднее квадратическое отклонение линии 100% пропускания
(1950–2050 см⁻¹, разрешение 4 см⁻¹, 20 сканов), не более, % – 0.025

Уровень положительного и отрицательного псевдорассеянного
света, не более, % – ±0.25

Габаритные размеры, мм – 520×370×250

Размеры кюветного отделения, мм – 150×190×170

Масса, кг – 32

Потребляемая мощность, Вт – 60

Питание прибора – 220(–33/+22) В, 50±0.5 Гц

Приложение №1
к Руководству по эксплуатации
СПБИ.001.00.000.00 РЭ



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ГЦИ СИ
ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

В.С. Александров

» 12 2004 г.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

фурье-спектрометров инфракрасных ФСМ

Руководитель НИО
Государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

С.-Петербург
2004

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные ФСМ модификации ФСМ 1201, ФСМ 1202, ФСМ 1211, выпускаемые ООО «Мониторинг» по ТУ-4434-001-31050782-99, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Фурье-спектрометры подлежат поверке в процессе эксплуатации и после ремонта. Периодичность поверки – 1 раз в год.

Фурье-спектрометры инфракрасные ФСМ предназначены для регистрации и исследования оптических спектров в инфракрасной области, а также для количественного анализа и контроля качества продукции в химической, нефтехимической, фармацевтической, пищевой и парфюмерной промышленности, осуществления экологического контроля, криминалистической и др. видов экспертиз, в соответствии с методиками выполнения измерений, утвержденными в установленном порядке.

1. Операции поверки.

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
			первичная	периодическая
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	да	да
2	Проверка электрической прочности и сопротивления изоляции	6.2	да	нет
3	Опробование фурье-спектрометра	6.3	да	да
4	Определение среднеквадратичного отклонения сигнала 100 % пропускания	6.4	да	да
5	Проверка отклонения сигнала 100 % пропускания от номинального значения	6.5	да	да
6	Проверка линейности шкалы системы регистрации	6.6	да	да
7	Проверка спектрального разрешения	6.7	да	да
8	Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	6.8	да	да

2. Средства поверки.

2.1. Прибор для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10, ОН0972029.

2.2. Мегаомметр М4101/3 ТУ26-04-2130.

2.3. Образец пленки полистирола толщиной 25–30 мкм ГОСТ 20282-86.

2.4. Образец пленки полистирола толщиной 75–90 мкм ГОСТ 20282-86.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение указанных в таблице 1. характеристик поверяемого фурье-спектрометра.

3. Условия поверки.

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- относительная влажность при температуре 25°C (20–80) %;
- атмосферное давление 84–107 кПа;
- напряжение питающей сети (220 ± 22) В;
- частота питающей сети (50 ± 1) Гц.

Установка и подготовка фурье-спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации.

4. Требования безопасности.

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

5. Требования к квалификации поверителей.

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации поверяемого фурье-спектрометра и методику его поверки;

6. Проведение поверки.

6.1. Внешний осмотр. При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности фурье-спектрометра технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Проверка электрической прочности и сопротивления изоляции. Визуальным путем проверяют наличие заземляющего вывода и знака заземления на корпусе фурье-спектрометра.

6.2.1. Проверка электрической прочности изоляции. Электрическую прочность изоляции проверяют с помощью прибора для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10 в соответствии с инструкцией на этот прибор в следующей последовательности:

- отключают фурье-спектрометр от сети;
- устанавливают переключатель «Сеть» в положение «Включено»;
- подключают прибор УПУ-10 одним концом к заземляющему выводу, а другим концом – одновременно к обоим выводам вилки сетевого провода;
- включают прибор УПУ 10 и плавно в течение 5–10 с повышают напряжение от 0 до 1500 В, сохраняют это напряжение в течение 1 мин, затем плавно в течение 5–10 с снижают напряжение до нуля и выключают прибор УПУ-10.

Прибор считается выдержавшим испытание по п.6.2.1, если в процессе испытания не был пробой и поверхностного перекрытия изоляции в блоках фурье-спектрометра.

6.2.2. Проверка сопротивления изоляции. Сопротивление изоляции между цепями сетевого питания и корпусом фурье-спектрометра проверяют мегомметром М4101/3 согласно инструкции на этот прибор в следующей последовательности:

- отключают фурье-спектрометр от сети;
- кнопку «Сеть» переводят во включенное состояние;
- подключают один вывод мегомметра М4101/3 к заземляющему выводу фурье-спектрометра, а другой, поочередно, к контактам вилки сетевого кабеля фурье-спектрометра, и при каждом подключении измеряют сопротивление изоляции.

Фурье-спектрометр считается выдержавшим испытания по п.6.2.2, если сопротивление изоляции не менее 10 МОм.

6.3. Опробование фурье-спектрометра.

6.3.1. Перед опробованием фурье-спектрометра необходимо проделать следующие операции:

- включить питание фурье-спектрометра;
- осуществить прогрев прибора в течение 60 минут;
- провести юстировку интерферометра.

6.3.2. Записывают спектр пропускания пленки полистирола толщиной 25–30 мкм при следующих параметрах регистрации:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – 400–5000 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) и 2500–12000 см^{-1} (ФСМ 1211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.3, если число и положение спектральных линий, записанных на регистрограмме, соответствуют контрольной записи, прилагаемой к фурье-спектрометру.

6.4. Определение среднеквадратического отклонения сигнала 100 % пропускания.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – 400–5000 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) и 2500–12000 см^{-1} (ФСМ 1211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Проводят регистрацию сигнала 100 % пропускания (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются). С помощью операций меню программы *FSpec* определяют значение среднеквадратического отклонения сигнала 100 % пропускания в области спектра 1950–2050 см^{-1} для модификаций ФСМ 1201 и ФСМ 1202, и в области спектра 4950–5050 см^{-1} для модификации ФСМ 1211, соответственно.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.4, если определенное значение среднеквадратического отклонения сигнала 100 % пропускания составляет не более 0,025 % в единицах пропускания.

6.5. Проверка отклонения сигнала 100 % пропускания от номинального значения.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – 400–5000 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) и 2500–12000 см^{-1} (ФСМ 1211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Провести регистрацию сигнала 100 % пропускания (образцы и приспособления в кюветное отделение не устанавливаются) с интервалом между измерениями спектра сравнения и пропускания в 5 минут. С помощью операций меню программы *FSpec* определяют средние значения пропускания для области спектра 1950–2050 см^{-1} для мо-

модификаций ФСМ 1201 и ФСМ 1202, и для области спектра 4950–5050 см^{-1} для модификации ФСМ 1211.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.5, если отклонение сигнала 100 % пропускания от номинального значения не превышает $\pm 0,5$ % в единицах пропускания.

6.6. Проверка линейности шкалы системы регистрации.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – 400–5000 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) и 2500–12000 см^{-1} (ФСМ 1211);
- разрешение – 4,0 см^{-1} .

Проводят регистрацию спектра пропускания пленки полистирола толщиной 70–90 мкм. Измеряют значения пропускания для линии поглощения полистирола: 2922 см^{-1} .

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.6, если величина пропускания (уровень псевдорассеянного света) не выходит за пределы $\pm 0,25$ % в единицах пропускания.

6.7. Проверка спектрального разрешения фурье-спектрометра.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – 400–5000 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) и 2500–12000 см^{-1} (ФСМ 1211);
- разрешение в зависимости от модификации: 1,0 см^{-1} для ФСМ 1201, 0,5 см^{-1} для ФСМ 1202 и 2,0 см^{-1} для ФСМ 1211, соответственно.

Записывают спектр интенсивности без установки образца в кюветном отделении. С помощью операций меню программы *FSpec* определяют ширину на уровне 0,5 от максимальной интенсивности следующих спектральных линий паров воды в атмосфере:

- 1404,99 и 1889,57 см^{-1} – для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 1202;
- 3701,81 и 3886,08 см^{-1} – для модификации ФСМ 1211.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.7., если для указанных точек спектрального диапазона определенное значение ширины линии на уровне 0,5 от максимальной интенсивности не превышает 1,4 см^{-1} для модификации ФСМ 1201, 0,8 см^{-1} для модификации ФСМ 1202 и 3,2 см^{-1} для модификации ФСМ 1211, соответственно.

6.8. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

Установить следующие параметры регистрации спектров:

- число сканов – 20;
- спектральный диапазон – 400–5000 см^{-1} (ФСМ 1201, ФСМ 1202) и 2500–12000 см^{-1} (ФСМ 1211);
- разрешение в зависимости от модификации – 1,0 см^{-1} для ФСМ 1201, 0,5 см^{-1} для ФСМ 1202 и 2,0 см^{-1} для ФСМ 1211, соответственно.

Записывают спектр интенсивности без установки образца в кюветном отделении.

Определяют положение следующих спектральных линий паров воды в атмосфере:

- 1404,99 и 1889,57 см^{-1} – для модификаций ФСМ 1201, ФСМ 1202;
- 3701,81 и 3886,08 см^{-1} – для модификации ФСМ 1211.

Определяют по шкале волновых чисел положение максимумов, соответствующих указанным линиям поглощения паров воды в атмосфере, и для каждой линии находят разность:

$$\Delta\nu = \nu_i - \nu_{0i},$$

где ν_i — измеренное значение волнового числа, соответствующего максимуму спектральной линии;

ν_{0i} — действительное значение волнового числа.

За абсолютную погрешность градуировки волновых чисел принимают наибольшее значение $\Delta\nu$ для указанных точек спектрального диапазона соответствующих модификаций фурье-спектрометров ФСМ.

Прибор считается прошедшим поверку по п.6.8, если определенное значение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел не превышает $\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$.

7. Оформление результатов поверки.

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении 1).

7.2. В случае положительных результатов поверки выписывают свидетельство о поверке.

7.3. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности фурье-спектрометра.

Приложение 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемый прибор: фурье-спектрометр инфракрасный ФСМ _____,
 заводской № _____, выпущенный (отремонтированный) _____
 (дата выпуска или ремонта)
 принадлежащий _____
 (предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

2. Результаты поверки

№	Наименование операции (параметра)	Номер пункта методики	Допускаемое значение параметра	Измеренное значение параметра
1	Внешний осмотр	6.1	соответствие требова- ниям методики	
2	Проверка электрической проч- ности изоляции	6.2	отсутствие пробоя при напряжении 1500 В в течение 1 мин	
3	Проверка сопротивления изо- ляции	6.2	не менее 10 МОм	
4	Опробование прибора	6.3	соответствие требова- ниям методики	
5	Определение среднеквадра- тичного отклонения сигнала 100 % пропускания	6.4	$\pm 0,025 \%$	
6	Проверка отклонения сигнала 100 % пропускания от номи- нального значения	6.5	$\pm 0,5 \%$	
7	Проверка линейности шкалы системы регистрации	6.6	$\pm 0,25 \%$	
8	Проверка спектрального раз- решения	6.7	в зависимости от мо- дификации по п.6.7	
9	Определение абсолютной по- грешности шкалы волновых чисел	6.8	$\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$	

Поверитель:

Дата: