



中华人民共和国国家标准

GB/T 6040—2019
代替 GB/T 6040—2002

红外光谱分析方法通则

General rules for infrared analysis

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 仪器装置	3
5 样品制备方法	7
6 操作方法	9
7 定性分析	10
8 定量分析	10
9 安全和维护	11
10 测定结果的整理	12



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6040—2002《红外光谱分析方法通则》。本标准与 GB/T 6040—2002 相比主要技术变化如下：

- 修改了标准的波数适用范围(见第 1 章,2002 年版的第 1 章)；
- 术语定义部分增加了吸光度、基线、基频峰、倍频峰、合频峰、傅立叶退卷积、镜面发射法(见第 3 章,2002 年版的第 3 章)；
- 修改了仪器概要内容及示意图(见 4.1,2002 年版的第 1 章)；
- 仪器结构部分增加了光阑,删除了数据处理及显示记录(见 4.2,2002 年版的 4.2)；
- 附属装置增加了变压池、样品穿梭器、掠角反射附件、光纤探头,将 ATR 附件进行分类(见 4.3,2002 年版的 4.3)；
- 附加功能部分增加了归一化处理、峰高计算、加谱计算、乘谱计算、K-M 变换(见 4.4,2002 年版的 4.4)；
- 固体样品制备方法中增加了浆糊法和漫反射法(见 5.2,2002 年版的 5.2)；
- 删除粉末样品制备方法(见 2002 年版的 5.3)；
- 重新描述气体样品制备方法(见 5.4,2002 年版的 5.5)；
- 修改仪器安装条件(见 6.1,2002 年版的 6.1)；
- 修改透射率为 0% 的物质的波数适用范围(见 6.3.3,2002 年版的 6.3.2)；
- 修改定性分析的注意事项(见 7.2,2002 年版的 7.2)；
- 修改定量分析的方法(见 8.2,2002 年版的 8.2)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、上海市计量测试技术研究院、广州中科检测技术服务有限公司、衢州氟硅技术研究院。

本标准主要起草人：姚青、李杰、黄文氢、黄煜、宗同强、钟军、朱丽娜、刘倩、薛民杰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6040—1985、GB/T 6040—2002。

红外光谱分析方法通则

1 范围

本标准规定了用红外光谱仪定性定量分析有机物及无机物的通用规则。

本标准适用于波数范围为 $7\ 800\text{ cm}^{-1}\sim 350\text{ cm}^{-1}$ (波长 $1.28\ \mu\text{m}\sim 28.57\ \mu\text{m}$) 的红外光谱分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 7764 橡胶鉴定 红外光谱法

GB/T 14666 分析化学术语

3 术语和定义

GB/T 14666 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

透过率 transmittance

透过样品的辐射能与入射的辐射能之比。

3.2

吸光度 absorbance

入射光强度与透射光强度比值的以 10 为底的对数。

3.3

样品厚度 sample thickness

辐射光束在样品中通过的距离。

注:通常以厘米为单位。

3.4

标准物质 standard sample

作为标准用的已知组成的物质,其化学结构和分析波长与被测物质一致或非常接近。

3.5

基线 baseline

在吸收光谱上,按一定方式绘制的直线或曲线,用它来表示吸收带不存在时的背景吸收曲线。

3.6

基频峰 fundamental bands

分子吸收光子后从一个能级跃迁到相邻的高一能级产生的吸收。

3.7

倍频峰 overtone bands

分子吸收比原来能量大一倍的光子之后,跃迁两个以上能级产生的吸收峰。

3.8

合频峰 combination bands

在两个基频峰波数之和或差出现的吸收峰。

3.9

干涉图形 interferogram

利用迈克尔逊干涉仪得到的信号,横轴为光的光程差,纵轴为光的强度所显示的图形。

3.10

变迹函数 apodization

为了减少因干涉仪的扫描距离有限而产生的复原光谱的畸变,在干涉图形上进行适当参数重叠的数学操作。

3.11

傅立叶退卷积 fourier self-deconvolution

就是将卷积得到的实际光谱退卷积,即将实测光谱重新变成干涉图,然后再选择一个合适的变迹函数与干涉图相乘,再重新进行傅立叶变换的运算。

3.12

K-M 变换 kubelka-munk transformation

把漫反射法测定的光谱变换成吸收光谱的方法。

3.13

K-K 变换 kubelka-kroning transformation

把测定的镜面反射光谱变换成吸收光谱的方法。

3.14

镜面反射法 specular reflection method

用于测定表面改性的样品、树脂和聚合物薄膜等,是红外光束以某一入射角照射在样品上发生的反射,反射角等于入射角。

3.15

衰减全反射法 attenuated total reflection method

用于高吸收样品或样品表面的测定方法,红外光以大于临界角的角度入射到紧贴在样品表面的高折射指数晶体时,由于样品折光指数低于晶体,发生全反射,红外光只进入样品极浅的表层,只有某些频率被吸收,测量这一被衰减了的辐射即得到样品的衰减全反射光谱。

注:衰减全反射,简称 ATR。

3.16

漫反射法 diffuse reflection method

用于测量粉末状样品。红外光照射到粉末样品表层时,一部分光会在表层样品颗粒外部产生镜面反射,由于镜面反射光束没有进入样品颗粒内部,未与样品发生作用,所以这部分镜面反射光不负载样品任何信息。另一部分光会射入样品颗粒内部,经过透射或折射或在颗粒内表面反射后,从样品内部射出。这样,光束在不同样品颗粒内部经过多次的透射、折射和反射后,从样品粉末表面各个方向射出来,组成反射光。测量这部分与样品发生了相互作用的反射光的辐射即得到样品的漫反射光谱。

3.17

电比率法 electric ratio method

在多光束红外光谱仪中,对样品光束与参比光束的光通量的电信号进行比较的方法。

4 仪器装置

4.1 仪器的概要

通常使用的红外光谱仪的构成如图 1、图 2 和图 3 所示。红外光谱仪按照测光方式大致可以分为：具有傅立叶变换方式的傅立叶变换红外光谱仪和分光方式的色散型红外光谱仪。

最常用的红外光谱仪为傅立叶变换红外光谱仪，仪器的工作原理如图 1 所示。由光源发出的红外光经准直为平行光束进入干涉仪，经干涉仪调制后得到一束干涉光。干涉光通过样品，获得含有光谱信息的干涉光，到达检测器。由检测器将干涉光信号变成为电信号，并经放大器放大。通过模数转换器进入计算机，由计算机进行傅立叶变换的快速计算，即获得以波数为横坐标的红外光谱图，并通过数模转换器送入绘图仪绘出光谱图。

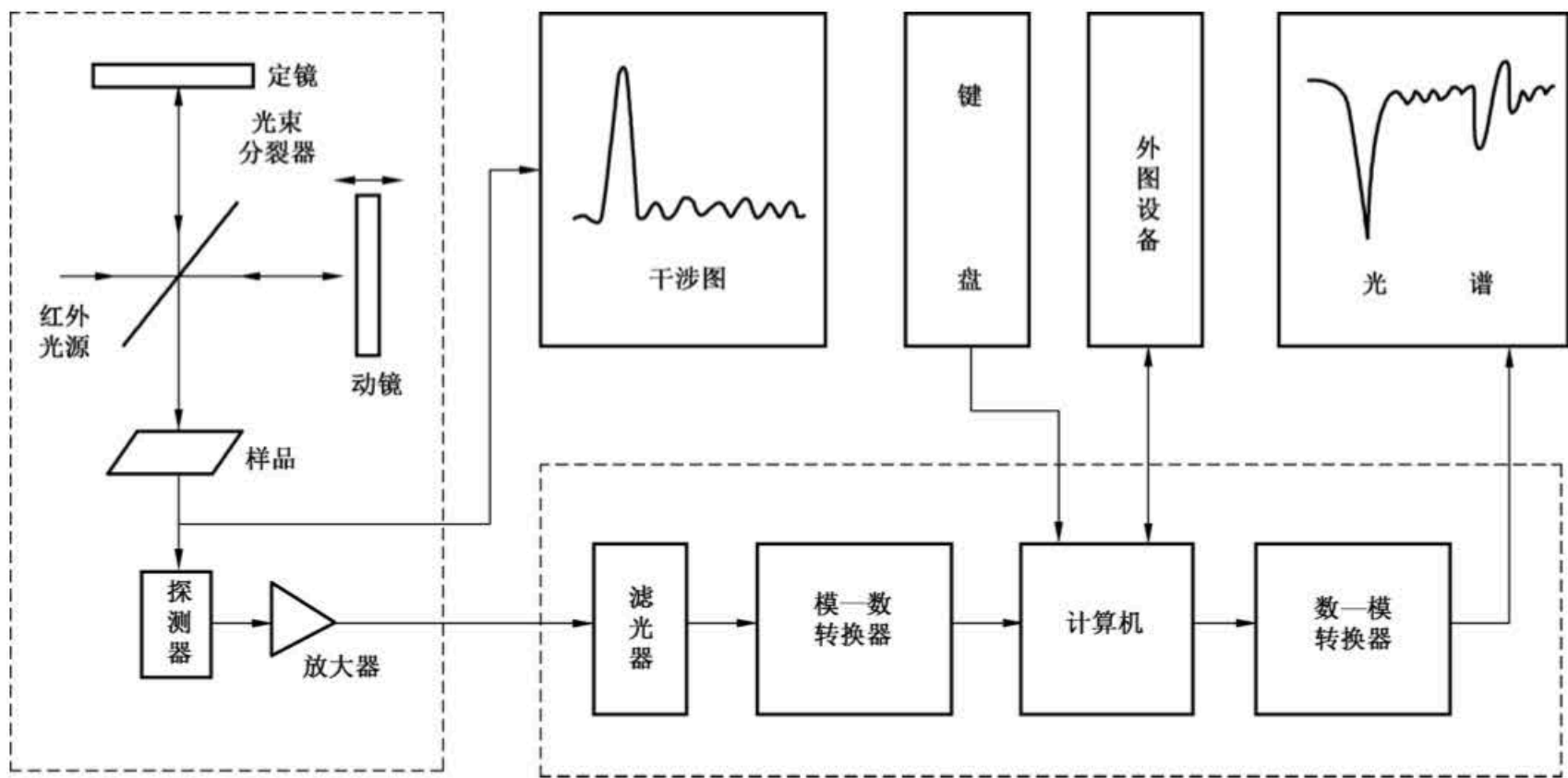


图 1 傅立叶变换红外光谱仪结构及工作示意图

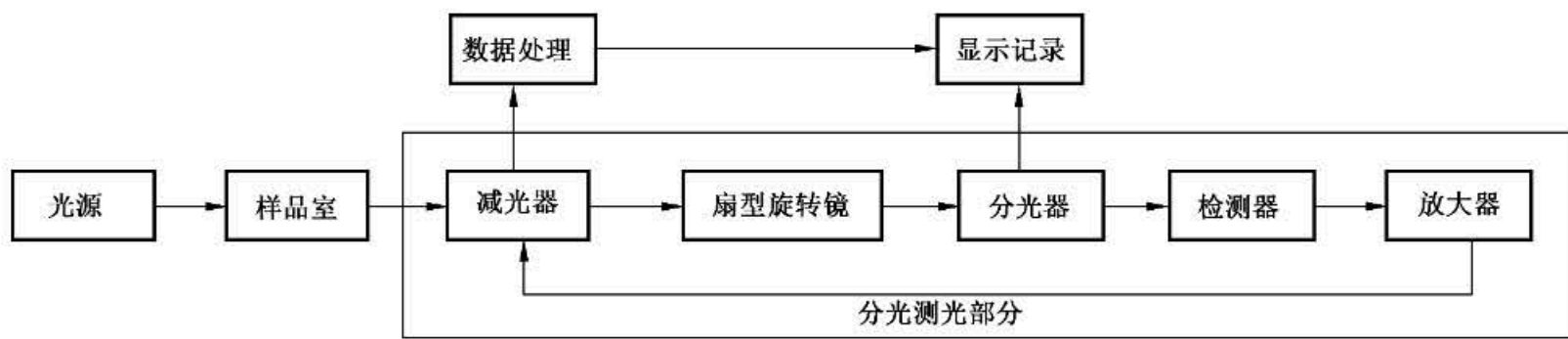


图 2 色散型红外光谱仪(光学零位法)构成示意图

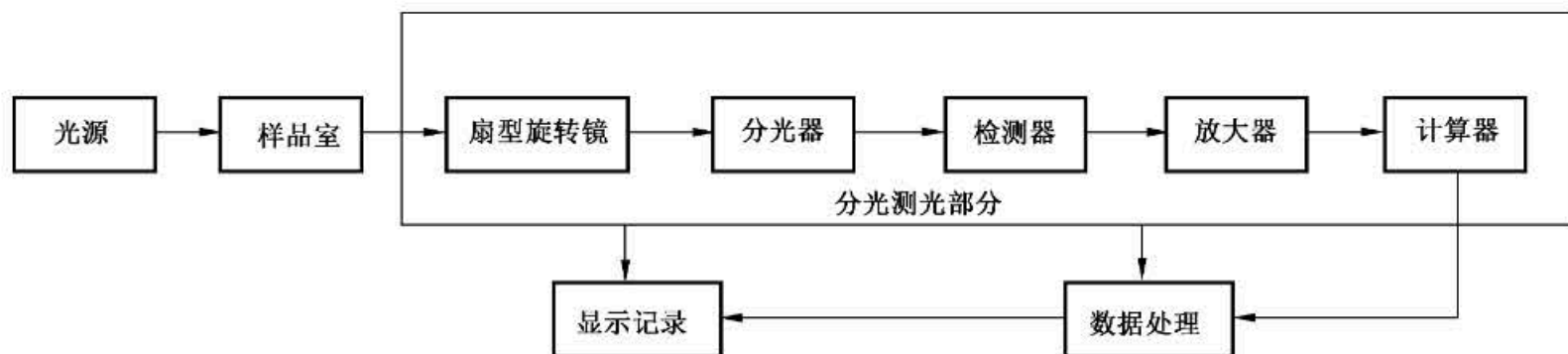


图 3 色散型红外光谱仪(电比率法)构成示意图

4.2 红外光谱仪结构

4.2.1 傅立叶变换红外光谱仪

4.2.1.1 光源

是以产生红外辐射为主要目的的非照明用电光源。它的作用是发射稳定、能量强、具有连续波长的红外线。

光源由光源用发射体、光源用电源等组成。

- a) 光源用发射体使用碳化硅、陶瓷、稀土金属氧化物等发射材料。
- b) 光源用电源向光源提供稳定的电压和电流。

4.2.1.2 光阑

是指在光学系统中对光束起着限制作用的实物。它的作用是控制光通量的大小。

光阑分为连续可变光阑和固定孔径光阑。

4.2.1.3 样品室

样品室由样品池、样品架、可组装附件的样品架组成。傅立叶变换红外光谱仪通常是单光束光谱仪,光路中设置一个样品架。多光束红外光谱仪在样品光路和参比光路分别设置样品架。

4.2.1.4 干涉仪

一般使用迈克尔逊干涉仪,包括动镜、定镜和分束器三部分,其光学系统如图4所示。

4.2.1.5 检测器

检测红外干涉光通过红外样品后的能量。把入射光的强度变换成电信号。

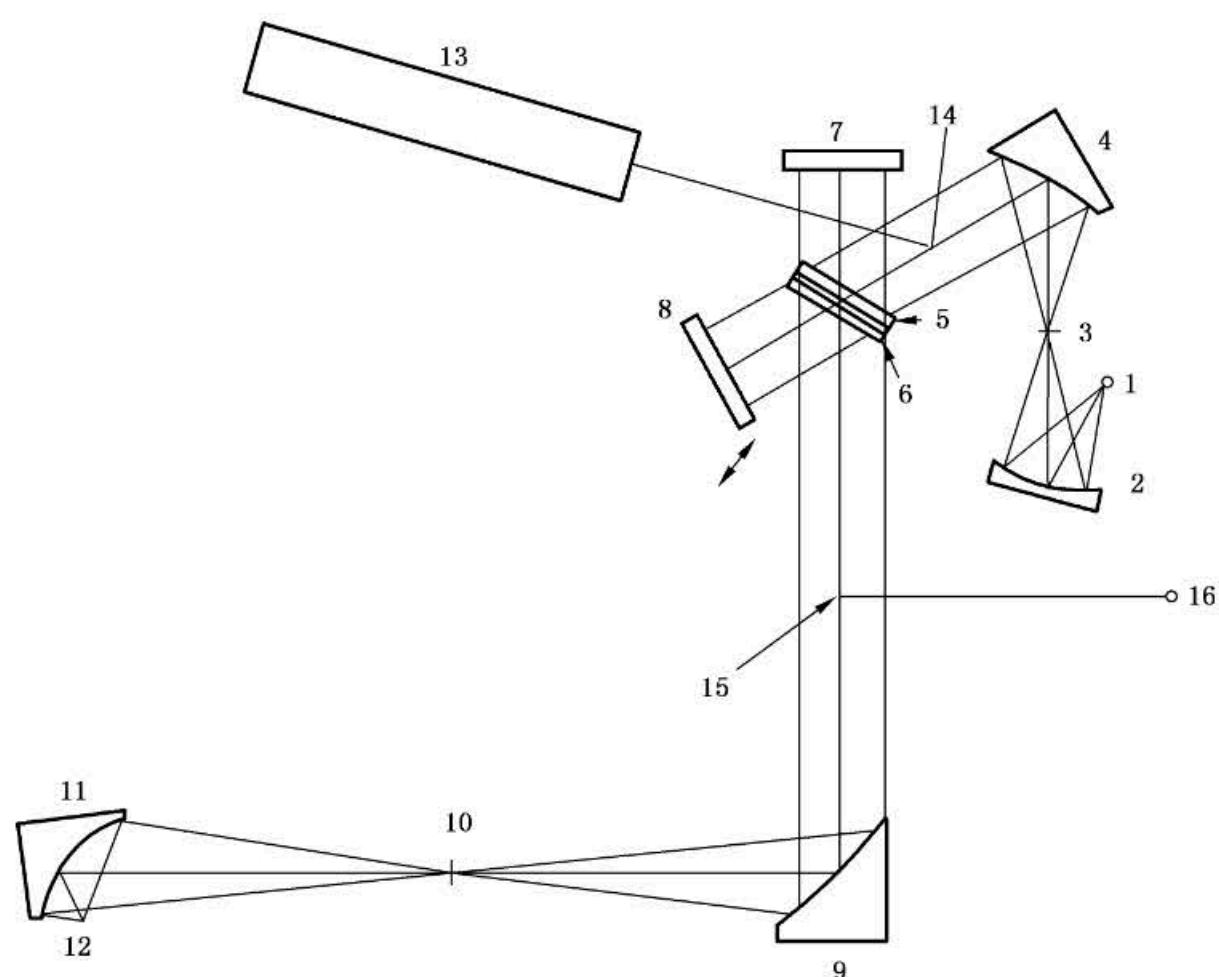
检测器主要有氧化三甘氨酸硫酸酯(DTGS)检测器和碲汞汞(MCT)检测器。

4.2.1.6 放大器

放大检测器传出的模拟信号,使以后的信号处理系统处理方便。

4.2.1.7 A/D 变换器

为了使放大器的信号储存在计算机的存储器中,把模拟信号变为数字信号。



说明:

1——光源;
2——球面镜;
3——狭缝;
4——视准仪;
5——分束器;
6——补偿;
7——固定镜;
8——移动镜;

9——聚光镜;
10——样品;
11——聚光镜;
12——检测器;
13——激光;
14——激光镜;
15——半透明反射镜(激光用);
16——激光检测器。

图 4 迈克尔逊干涉仪光学系统示意图

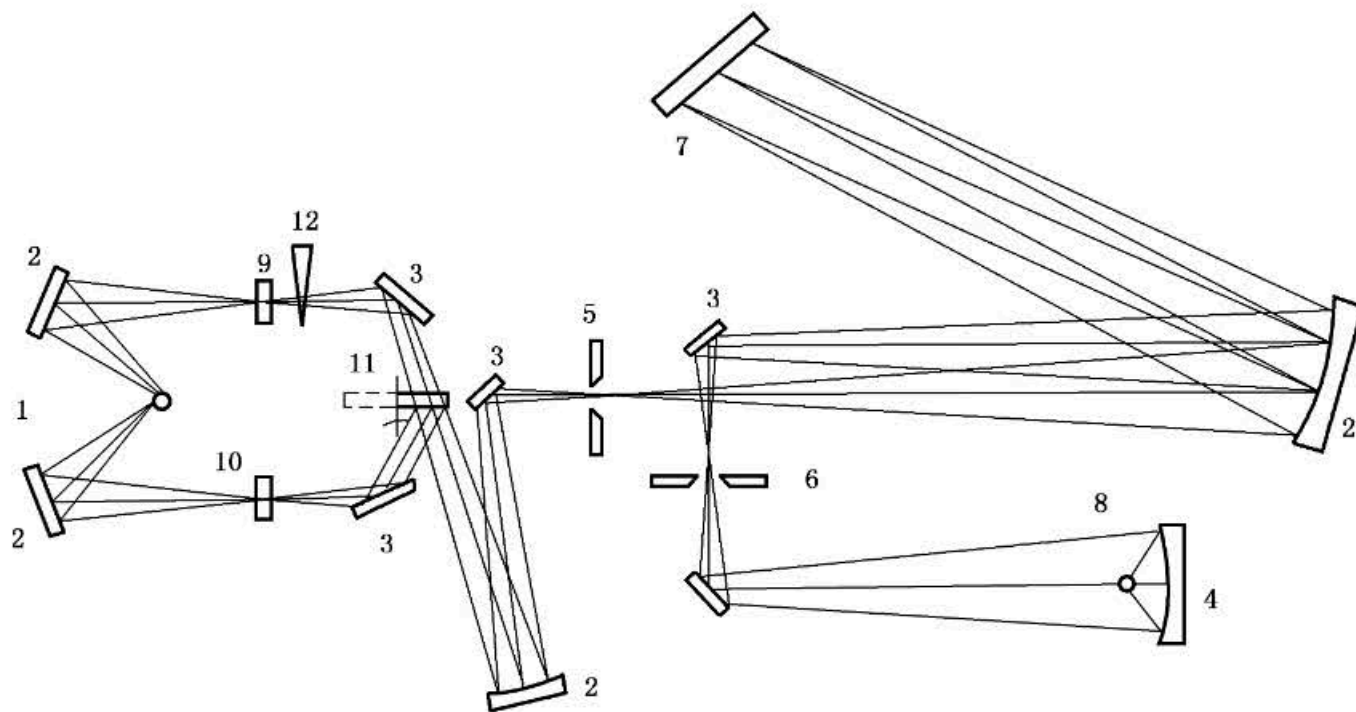
4.2.2 色散型红外光谱仪结构

4.2.2.1 光源。同 4.2.1.1。

4.2.2.2 样品室。样品室由样品池、样品架、可组装附件的样品架组成。色散型红外光谱仪通常是双光束光谱仪,样品光路和参比光路分别设置样品架。

4.2.2.3 分光测光部分。分光测光部分由下列几个元器件组成。色散型红外光谱仪(光学零位法)的光学系统如图 5 所示。

- 减光器。光学零位法中,为减光使用的光学元件。设置在参比光路中,把通过参比光路光束的强度调节到几乎与通过样品光路光束的强度相同。
- 扇型镜。切换样品光束和参比光束的旋转镜。
- 分光器。由狭缝、反射镜、色散元件组成的光学系统。色散元件使用棱镜、衍射光栅或者其组配的光学元件,通常使用衍射光栅。
- 检测器。把入射光的强度变换成电信号,常使用真空热电偶、热电型检测器、半导体检测器等。
- 放大器。为了处理信号方便,放大检测器得到的信号。光学零位法中,由前置放大器、主放大器、同步整流器、调制器和电放大器组成。
- 计算器。在使用电比率法的信号处理系统中,把样品光束的电信号与参比光束的电信号分离,计算两信号的强度比。



说明：

- 1——红外光源；
- 2——凹面镜；
- 3——平面镜；
- 4——聚光镜；
- 5——入射狭缝；
- 6——出口狭缝；

- 7——衍射光栅；
- 8——检测器；
- 9——参比样品；
- 10——样品；
- 11——旋转镜；
- 12——减光器。

图 5 色散型红外光谱仪(光学零位法)光学系统

4.3 附属装置

- 4.3.1 压片装置。透过测定时,把粉末样品添加溴化钾等卤化碱金属盐,加压成型,制成片剂的设备。
- 4.3.2 偏光装置。偏光测定时,维持红外光偏光特性的装置。
- 4.3.3 液体池。测定液体样品使用的液体样品池。
- 4.3.4 气体池。测定气体样品使用的气体样品池。
- 4.3.5 多次反射气体池。测定低浓度气体样品时,利用多次反射增加光路长度的气体样品池。
- 4.3.6 变温池。测定各种温度下样品红外吸收时使用的可改变样品温度的样品池。
- 4.3.7 变压池。测定各种压力下样品红外吸收时使用的可改变样品压力的样品池。
- 4.3.8 样品穿梭器。测试样品时可在样品室内穿梭的样品架,可保持光学台中气氛稳定,使测定的光谱不受水汽和二氧化碳的干扰。
- 4.3.9 衰减全反射(ATR)测定装置。测定高吸收样品或样品表面时使用的装置,有下列两种:
 - a) 多次反射 ATR;
 - b) 单次反射 ATR。
- 4.3.10 漫反射测定装置。直接测定粉末样品使用的装置。
- 4.3.11 反射测定装置。测定反射光谱的装置,有下列三种:
 - a) 固定角反射附件;
 - b) 可变角反射附件;
 - c) 掠角反射附件。
- 4.3.12 光纤探头。主要用于实时、在线测量的光学传输部件。
- 4.3.13 辐射测定装置。测定加热样品辐射光谱的装置。
- 4.3.14 光声光谱测定装置。当测定高散射样品或难于制样的样品时,使用光声检测器的测定装置。
- 4.3.15 显微红外测定装置。测定极少量样品的装置,可通过改变光路和光学镜,进行透过、反射、

ATR、高灵敏度反射测定的装置。

4.3.16 气相色谱-红外(GC-FTIR)联用装置。用红外光谱分析经过气相色谱柱分离成分的装置。

4.3.17 高效液相色谱-傅立叶变换红外光谱(HPLC-FTIR)联用装置。用红外光谱分析经过高效液相色谱柱分离成分的装置。

4.3.18 热重-傅立叶变换红外光谱(TGA-FTIR)联用装置。用红外光谱分析经热重装置产生气体成分的装置。

4.4 附加功能

4.4.1 光谱显示的放大缩小。在显示器上任意放大缩小谱图的功能。

4.4.2 平滑修正。减少干扰,去除高频率部分,平滑谱图的功能。

4.4.3 检索谱峰。自动检索谱峰位置的功能。

4.4.4 基线校正。谱图基线倾斜、弯曲时的校正功能。

4.4.5 归一化计算。将光谱的纵坐标进行归一化的功能。

4.4.6 峰面积计算。指定波数、波长范围计算峰面积的功能。

4.4.7 峰高计算。指定波数、波长范围计算峰高的功能。

4.4.8 微分计算。作成微分变换谱图的功能。

4.4.9 差谱计算。两个谱图相差的功能。

4.4.10 加谱计算。两个谱图相加的功能。

4.4.11 乘谱计算。将红外光谱中所有数据点的 y 值都乘以同一个系数的功能。

4.4.12 ATR 校正。使用 ATR 测定装置时,校正峰强度与波数相关性的功能。

4.4.13 K-K 变换。使用反射测定装置时,把测定的正反射光谱变换成吸收光谱的功能。

4.4.14 K-M 变换。使用漫反射测定装置时,把测定的漫反射光谱变换成吸收光谱的功能。

4.4.15 轴单位变换。根据需要变换轴单位的功能。

a) Y 轴单位变换变换透过率、吸光度单位的功能。

b) X 轴单位变换变换波数、波长单位的功能。

4.4.16 曲线拟合。把重叠峰分离成若干个峰的功能。

4.4.17 谱图检索。检索测定谱图与标准谱图比较进行定性的功能。

4.4.18 自建谱库。为谱图检索,积累谱图数据的功能。

4.4.19 定量计算。利用吸收强度计算成分浓度的功能。

4.4.20 数据保存。保存测定结果、数据处理结果的功能。

5 样品制备方法

5.1 一般注意事项

本章规定了固体、液体、气体样品测定时样品制备方法的注意事项。

当使用附属装置或进行反射、辐射、光声光谱、显微红外、GC-FTIR、HPLC-FTIR、TGA-FTIR 等测定时,样品制备根据仪器使用说明书进行。

进行红外光谱分析时,应依照分析目的、样品的状态、分析方法、测定装置的性能,选择合适的样品制备方法。定性分析时,应把样品的浓度调节到使该样品最强吸收带的透过率为 1%~10% 的程度。定量分析时应选择适当的样品浓度、样品厚度以及样品池光路的长度,使得测定吸收带的吸光度与样品浓度的关系处于直线关系区域。

5.2 固体样品制备法

5.2.1 薄膜法。有以下四种方法。

- a) 使用甲醇、丙酮、三氯甲烷等易挥发、溶解性强的溶剂溶解样品,将此样品溶液滴在红外透过性材料板上,扩展开,溶剂挥发后得到薄膜。
- b) 把热稳定的热可塑性固体样品夹在两枚加热板中间,加压制成薄膜。
- c) 希望尽可能不改变样品形状时,用切片机切成薄片。
- d) 橡胶状、发泡状等有弹性的样品,使用菱形架加压成薄膜状进行测定。

5.2.2 压片法。使用研钵、粉碎机将块状、颗粒状样品粉碎成粉末,混合溴化钾,研磨均匀,使用压片装置,在常压或真空条件下加压成型制成透明状片剂。

5.2.3 浆糊法。使用石蜡油、氟碳油等介质与样品混合制成浆糊。

5.2.4 溶液法。使用二硫化碳、四氯化碳等红外吸收少的溶剂溶解样品制成溶液。

5.2.5 裂解法。适用于聚合物样品,制样方法见 GB/T 7764 的具体条款。

5.2.6 其他方法。使用附件时,除了以下方法外,参照附件说明书。

- a) ATR 测定。当样品粉末化困难、没有合适的溶剂以及要测定厚样品的表面处理层时,将样品表面磨平,放在 ATR 棱镜上,从样品后侧加压,使样品与棱镜均匀接触。考虑到样品的折射率,应选择适当的棱镜材质、红外线入射角。参比样品使用棱镜。
- b) 镜面反射测定。将样品的照射面磨平。应使用比较厚的样品,防止样品内侧反射对于光谱的影响选择适当的样品架等。参比样品使用不锈钢板或反射镜为宜。
- c) 漫反射测定。将样品粉碎成粒径为数十微米以下的粉末,平铺在样品皿上。为减少正反射光的影响,通常混合溴化钾、氯化钾或氟化钾粉末。
- d) 辐射测定。样品厚度应在 $10\ \mu\text{m}$ 以下,把样品放在反射率强的金属上,以防止样品架的辐射重叠。样品平面性的影响很小,但是样品过厚时会发生自吸收导致谱图变形。需要测定样品在同样温度下的黑体辐射,校正光谱的强度。
- e) 光声光谱测定。将样品充满样品池。样品量过少时,应当用溴化钾粉末等基质充实。样品的形态对于测定影响很小,但是样品池内空间过大时信噪比会变差。
- f) GC-FTIR 测定。选择与样品极性相匹配、溶解度高的溶剂将样品溶解。
- g) HPLC-FTIR 测定。选择与样品极性相匹配、溶解度高的溶剂将样品溶解。
- h) TGA-FTIR 测定。当样品是块状、颗粒状时,应把样品粉末化,以保证测定准确。

5.3 液体样品制备法

5.3.1 液膜法。将 1 滴~2 滴入液体样品滴入两枚窗片缝隙间形成液膜。需要比较厚的液层时,选择适当的垫片。

5.3.2 溶液法。同 5.2.4。

5.3.3 其他方法。使用附件时,除下述方法外,参照附件使用说明书。

- a) ATR 法。在棱镜表面涂敷液体样品。
- b) GC-FTIR 法。用于测定共混样品。
- c) HPLC-FTIR 法。用于测定共混样品。

5.4 气体样品制备法

气体样品通常使用直径 4 cm、长 10 cm 的石英玻璃气体池。气体池在 0.1 Pa 以下排气或经惰性气体

置换后,在 0.06 Pa~1.0 Pa 压力下导入气体样品。吸收峰的强度可以通过调节吸收池内的压力来达到。

6 操作方法

6.1 仪器的安装

按照下列条件安装仪器。仪器制造厂家有规定的安装条件时,按照其规定的条件进行。

- a) 环境清洁无尘、无振动、无电磁干扰、无腐蚀气体;
- b) 通风良好,环境温度 17 °C~25 °C,环境相对湿度 $\leq 60\%$;
- c) 安装地面要求水平;
- d) 采用独立稳压电源,有独立地线;
- e) 避免日光直射;
- f) 避免在测定范围内有红外吸收的气体;
- g) 避免直接面对空调机的排风。

6.2 测定操作

6.2.1 按照使用说明书规定的顺序进行检查,确认没有异常时,接通电源,预热仪器达到稳定状态。必要时测定标准物质,确认测定值、重复性在规定的范围内。按照 6.2.2~6.2.5 的规定设定仪器操作条件。

6.2.2 操作程序的启动,设定如下操作条件:

- a) 波数范围;
- b) 分辨率;
- c) 扫描次数;
- d) 放大器增益;
- e) 检测器;
- f) 移动镜的移动速度;
- g) 变迹函数。

注:也有自动设定操作程序的仪器。

6.2.3 透过率、透过百分率、吸光度等的计算单光束与多光束分光器的操作不同。

6.2.4 光谱的屏幕显示、数据保存、记录纸记录。

6.2.5 数据处理:同 4.4。

6.3 仪器的校正和检查方法

6.3.1 按照 6.3.2~6.3.7 进行校正、确认性能。

6.3.2 波数:利用标准物质已知吸收峰的波数对比仪器的指示位置,确认仪器波数刻度及其指示值的准确度。使用氦氖激光发生脉冲信号的傅立叶变换红外光谱仪,确认一个波数的准确性就可以保证在全波数范围内波数的准确性。

注:波数标准物质有二氧化碳、水蒸气、聚苯乙烯、氨、萘等。

6.3.3 透过率 0%:在测定波数范围内,测定不透光的物质的透过率,定为透过率 0%。表 1 列出了透过率为 0%的物质。

注:通过散射光及样品的二次发射光谱检查误差。

表 1 透过率为 0% 的物质

名称	适用波数范围/cm ⁻¹	厚度/mm
金属板	7 800~2 000	—
玻璃板	2 000~1 000	2
氟化锂	1 000~700	5
氟化钾	700~350	5

6.3.4 透过率 100%:在测定波数范围内,不加样品测定透过率,定为透过率 100%。

6.3.5 线性:把具有红外吸收的成分,制成不同浓度范围的样品,作出吸光度与浓度的关系曲线,考察关系曲线的直线性。

6.3.6 分辨率:使用水汽、一氧化碳,测出其中一个吸收峰的半峰宽即为实际分辨率。

6.3.7 重复性:同一条件下短时间内对同一稳定的样品测定 6 次,确认波数和透过率测定值的偏差在规定的范围内。

7 定性分析

7.1 使用红外光谱的定性分析包括:

- 吸收光谱解析的方法是基于各基团具有特定波数范围的吸收,对比测定的吸收光谱与特定吸收的重合情况,推测解析测定物中是否有该基团存在;
- 与已知化合物光谱进行比较的方法是对比测定样品的吸收光谱与已知纯化合物的吸收光谱或标准谱图的相似程度,对化合物进行定性。

7.2 利用上述方法确认化学物质或者利用基团信息推测部分结构时,应当注意以下的事项:

- 某吸收带不存在,可以确定某基团不存在;相反,吸收带存在时不一定是该基团存在的确证。
- 使用特征吸收表、数据集进行解析推测时应当注意测定物基团的红外吸收受到其邻近结合的原子、分子等的影响,吸收峰的位置、强度、形状会发生变化。
- 不需要往往也不可能对光谱中的所有吸收峰指出其归属,首先要注意强峰,但也不可忽略某些特征的弱峰和肩峰。
- 要注意峰的强度所提供的结构信息,两个特征峰相对强度的变化有时可为确证复杂基团的存在提供线索。
- 仅利用红外吸收光谱解析,进行混合物的定性分析比较困难。应使用色谱等仪器和其他分析化学手段把混合物分离成单一组分,再利用已知的物理、化学性质进行解析。
- 确认化合物或者推测化合物结构时,应当与同样条件下测定的已知的纯化合物吸收光或者谱库中标准谱图进行比较。与多种谱图数据比较时,大多使用计算机及相应的数据库。

8 定量分析

8.1 概述

定量分析可以使用的红外光谱包括:吸收、ATR、经校正的漫反射、高灵敏度反射光谱、光声光谱、辐射光谱等,镜面反射光谱很难用于定量分析。

本标准只规定了吸收光谱法。其他方法可参照有关规定及仪器使用说明书。

使用红外吸收光谱的定量分析是利用已知浓度样品的吸收强度与测定样品的吸收强度进行比较。

8.2 定量方法

8.2.1 工作曲线法。工作曲线是由一系列已知浓度的标准物质得到的,在制作工作曲线和测定样品时应同一液体池中进行。工作曲线的横坐标为样品的浓度,纵坐标为对应分析谱带的吸光度。

8.2.2 内标法。选择一个标准化合物,它的特征吸收峰与样品的分析峰互不干扰,将样品与内标按不同比例混合做工作曲线。选用内标时,应考虑下列几点:

- a) 其红外光谱比较简单,不干扰样品测定。
- b) 热稳定,不吸潮。
- c) 易纯化。
- d) 具有不受样品谱带干扰的强谱带。
- e) 适合于样品制备技术。

8.2.3 比例法。测定二元混合物中两个组分的相对含量。

8.2.4 解联立方程方法。主要用于处理二元或三元混合体系,为避免较大偏差,应考虑以下条件:

- a) 在分析峰位置处的吸光度 A 对浓度 c 的关系尽量符合比尔吸收定律。
- b) 分析峰处各组分之间的吸收系数差别要大。
- c) 分析峰的位置应尽量选在“峰尖”,而不要选择“峰肩”位置。
- d) 尽量选择该组分的特征峰作为分析峰或选择该组分的相对较强峰为分析峰。

8.2.5 差示法。可用于测量样品中的微量物质,例如有两种组分 A 和 B 的混合物,微量组分 A 的谱图被主要组分 B 的谱带严重干扰或完全掩盖,这时可以利用差示法来测量组分 A。目前在很多红外光谱仪中都配有能进行差谱的计算机软件功能。

8.2.6 化学计量学方法。目前常用的化学计量学求解联立方程组的方法有十多种,每种方法都有其特点和适用范围,可根据分析指标进行选择。

8.2.7 无需标准试样的定量方法。该方法基于同时测定大量组成各异的待测试样的各定量谱带的吸光度,运用最小二乘法求各组分的定量谱带吸收系数的最佳值,以此计算各试样的组成。

9 安全和维护

9.1 安全

为确保仪器的使用安全应认真阅读使用说明,熟悉相关的法律和规定,掌握化学物质的特性,加强操作者的培训。此外应注意下列事项:

- a) 仪器带电状态下不得触摸高电压部分和带电部分,应注意充分的绝缘和接地。
- b) 避免直视激光。
- c) 按照高压气体处理法操作高压气体。
- d) 使用液氮时应使用保护用具,避免吸入高浓度气体。
- e) 充分注意铊、硒、砷化合物等窗片材料,各种卤化物、二硫化碳等有害溶剂及样品的安全使用。废弃时进行适当处理。

9.2 维护

仪器日常维护应注意以下问题:

- a) 定期擦拭灰尘;
- b) 及时更换干燥剂;
- c) 每周至少开启主机一次,每次不少于 4 h。

10 测定结果的整理

按照下列事项整理测定结果：

- a) 测定日期；
 - b) 测定者姓名；
 - c) 样品名；
 - d) 数据编号；
 - e) 测定方式/测定方法；
 - f) 测定条件；
 - g) 数据处理条件；
 - h) 参比样品；
 - i) 仪器名称及型号。
-

