

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1319—2011

傅立叶变换红外光谱仪 校准规范

Calibration Specification for Fourier Transform
Infrared Spectrometers

2011-11-14 发布

2012-02-14 实施



国家质量监督检验检疫总局 发布

傅立叶变换红外光谱仪
校准规范

Calibration Specification for Fourier
Transform Infrared Spectrometers

JJF 1319—2011

本规范经国家质量监督检验检疫总局于 2011 年 11 月 14 日批准，并自 2012 年 2 月 14 日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

起草单位：江苏省计量科学研究院

中国计量科学研究院

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范起草人：

蔡冶强（江苏省计量科学研究院）

宋 健（江苏省计量科学研究院）

纪 洁（中国计量科学研究院）

陶 红（中国计量科学研究院）

目 录

1	范围	(1)
2	引用文件	(1)
3	术语和计量单位	(1)
4	概述	(1)
5	计量特性	(2)
6	校准条件	(2)
6.1	环境条件	(2)
6.2	标准物质	(3)
7	校准项目和校准方法	(3)
7.1	波数示值误差与波数重复性	(3)
7.2	透射比重复性	(3)
7.3	分辨力	(3)
7.4	本底光谱能量分布	(5)
7.5	100%线的平直度	(5)
7.6	噪声	(6)
8	校准结果表达	(6)
9	复校时间间隔	(7)
附录 A	聚苯乙烯标准物质红外谱图	(8)
附录 B	聚苯乙烯标准物质红外吸收峰主要参考值	(9)
附录 C	波数示值误差的不确定度评定示例	(10)
附录 D	傅立叶变换红外光谱仪记录格式(供参考)	(12)
附录 E	校准证书(内页)格式(供参考)	(14)

傅立叶变换红外光谱仪 校准规范

1 范围

本规范适用于傅立叶变换红外光谱仪波数为 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 中红外区的校准。

2 引用文件

GB/T 21186—2007 傅立叶变换红外光谱仪

中华人民共和国药典 附录Ⅳ C 红外分光光度法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 红外光区 infrared region

红外光是一种波长介于可见光区和微波区之间的电磁波谱。红外光的波长范围为 $0.78\ \mu\text{m} \sim 300\ \mu\text{m}$ ，通常把这个波段分成三个区域，即：近红外区、中红外区和远红外区。

3.1.1 近红外光区 near infrared region

近红外区又称泛频区。近红外区波长范围为 $0.78\ \mu\text{m} \sim 2.5\ \mu\text{m}$ ，即波数为 $12\,820\text{ cm}^{-1} \sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$ 。

3.1.2 中红外光区 middle infrared region

中红外区又称基频区。中红外区波长范围为 $2.5\ \mu\text{m} \sim 25\ \mu\text{m}$ ，即波数为 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 。

3.1.3 远红外光区 far infrared region

远红外区又称转动区。远红外区波长范围在 $25\ \mu\text{m} \sim 300\ \mu\text{m}$ ，即波数在 $400\text{ cm}^{-1} \sim 33\text{ cm}^{-1}$ 。

3.2 波数 wave number

波长 (λ) 的倒数为波数，单位符号为 cm^{-1} 。

4 概述

傅立叶变换红外光谱仪是利用干涉仪干涉调频的工作原理，把光源发出的光经迈克尔逊干涉仪变成干涉光，再让干涉光照射样品，由计算机系统经傅立叶变换获得光谱图，如图 1 所示。仪器主要包括光源、干涉仪、样品室、检测器和计算机系统等几部分。

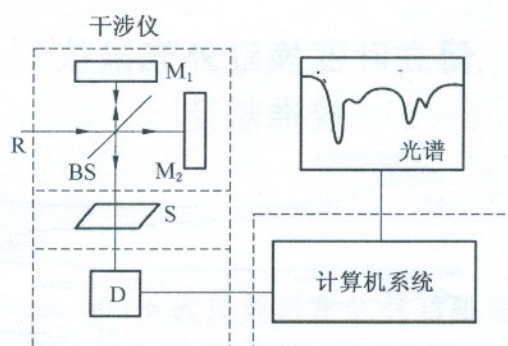


图1 傅立叶变换红外光谱仪工作原理

R—光源； M_1 —定镜； M_2 —动镜；BS—光束分裂器；S—样品；D—检测器

5 计量特性

傅立叶变换红外光谱仪的计量特性包括：波数示值误差、波数重复性、透射比重复性、分辨力、本底光谱能量分布、100%线的平直度和噪声，各项技术指标见表1。

表1 傅立叶变换红外光谱仪主要技术指标

序号	技术指标	要求
1	波数示值误差	在 $3\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近的波数示值误差一般为 $\pm 5\text{ cm}^{-1}$ ； 在 $1\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近的波数示值误差一般为 $\pm 1\text{ cm}^{-1}$
2	波数重复性	在 $3\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近的波数重复性一般不大于 2.5 cm^{-1} ； 在 $1\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近的波数重复性一般不大于 0.5 cm^{-1}
3	透射比重复性	一般不大于 0.5%
4	分辨力	在 $3\,200\text{ cm}^{-1} \sim 2\,800\text{ cm}^{-1}$ 能分辨七个峰
		$2\,851\text{ cm}^{-1}$ 与 $2\,870\text{ cm}^{-1}$ 之间分辨深度一般不小于 18% ； $1\,583\text{ cm}^{-1}$ 与 $1\,589\text{ cm}^{-1}$ 之间分辨深度一般不小于 12%
		水汽 $1\,554.4\text{ cm}^{-1}$ 峰半高宽一般不大于 2 cm^{-1}
5	本底光谱能量分布	一般不小于 20%
6	100%线的平直度	$3\,200\text{ cm}^{-1} \sim 2\,800\text{ cm}^{-1}$ 内 100%线的平直度一般不大于 1% ； $2\,200\text{ cm}^{-1} \sim 1\,900\text{ cm}^{-1}$ 内 100%线的平直度一般不大于 1% ； $800\text{ cm}^{-1} \sim 500\text{ cm}^{-1}$ 内 100%线的平直度一般不大于 4%
7	噪声	一般不大于 1%

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度： $15\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度： $\leq 70\%$ 。

6.1.2 电源：(220±22) V，频率：(50±1) Hz。

6.1.3 傅立叶变换红外光谱仪应放在平稳的工作台上，电源接地良好。

6.1.4 傅立叶变换红外光谱仪室内不得有明显的机械振动，无电磁干扰，无强光直射；不得存放与实验无关的易燃、易爆和强腐蚀性的物质。

6.2 标准物质

聚苯乙烯红外波长标准物质。

注：取得国家计量行政部门批准的有证标准物质。

7 校准项目和校准方法

7.1 波数示值误差与波数重复性

傅立叶变换红外光谱仪扫描范围为 4 000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} ，分辨率为 4.0 cm^{-1} ，常用扫描速度，扫描次数为 15。待傅立叶变换红外光谱仪稳定后，采集空气本底背景，扫描聚苯乙烯红外波长标准物质，测量 3 027 cm^{-1} ，2 851 cm^{-1} ，1 601 cm^{-1} ，1 028 cm^{-1} ，907 cm^{-1} 5 个主要吸收峰。重复测量 3 次。按公式 (1) 计算，取 Δ_ν 绝对值最大值为波数示值误差。按公式 (2) 计算，取 δ_ν 绝对值最大值为波数重复性。

$$\Delta_\nu = \bar{\nu}_i - \nu \quad (1)$$

$$\delta_\nu = \nu_{\max} - \nu_{\min} \quad (2)$$

式中： Δ_ν ——波数示值误差， cm^{-1} ；

δ_ν ——波数重复性， cm^{-1} ；

$\bar{\nu}_i$ ——第 i 峰值波数测量平均值， cm^{-1} ；

ν ——第 i 峰值波数标准值， cm^{-1} ；

ν_{\max} ——第 i 峰波数测量最大值， cm^{-1} ；

ν_{\min} ——第 i 峰波数测量最小值， cm^{-1} 。

7.2 透射比重复性

在 7.1 取得的测量谱图中，选取峰值透射比分别为 10%，20%，40% 的主要吸收峰，读取峰值的透射比，按公式 (3) 计算，取 R_T 绝对值最大值为透射比重复性。

$$R_T = T_{\max} - T_{\min} \quad (3)$$

式中： R_T ——透射比重复性，%；

T_{\max} ——聚苯乙烯峰值透射比最大值，%；

T_{\min} ——聚苯乙烯峰值透射比最小值，%。

7.3 分辨力

7.3.1 分辨苯环特征吸收峰的个数

在 7.1 取得的测量谱图中，检查并记录波数在 3 200 cm^{-1} ~2 800 cm^{-1} 范围内，谱图可分辨的吸收峰的个数，见图 2。

7.3.2 分辨深度

在 7.1 取得的测量谱图中，测量 2 851 cm^{-1} (峰) 与 2 870 cm^{-1} (谷) 之间的峰谷深度和 1 583 cm^{-1} (峰) 与 1 589 cm^{-1} (谷) 之间的峰谷深度，用 T 表示。见图 3 和图 4。

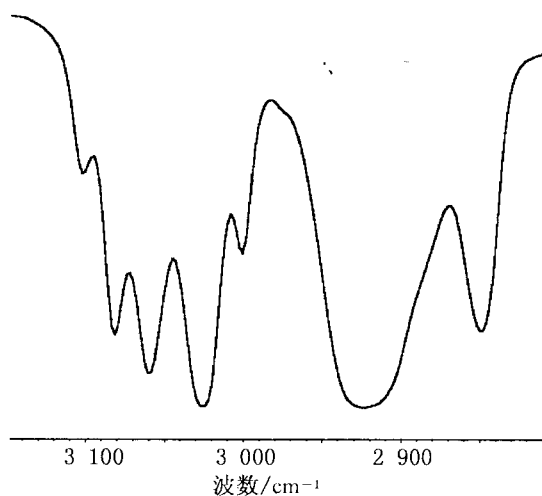


图2 聚苯乙烯标准物质苯环红外谱图

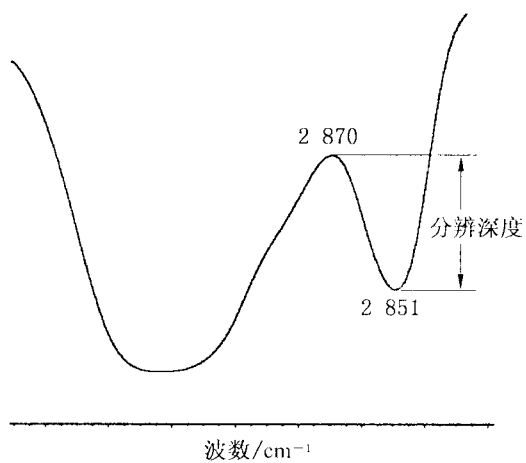


图3 2851 cm⁻¹ (峰) 与 2870 cm⁻¹ (谷) 分辨率深度

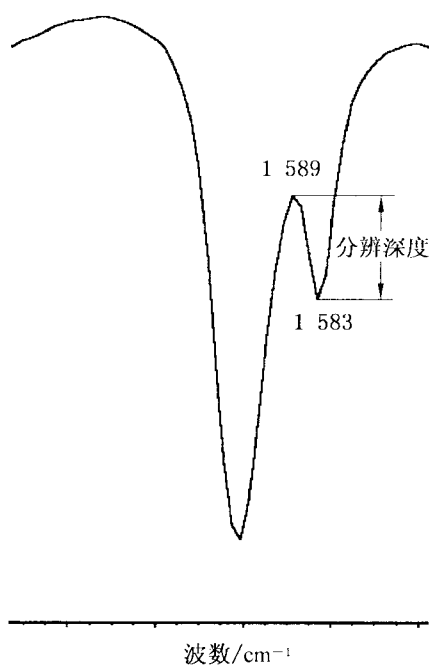


图4 1583 cm⁻¹ (峰) 与 1589 cm⁻¹ (谷) 分辨率深度

7.3.3 半高宽

傅立叶变换红外光谱仪扫描范围为 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ，分辨率为最佳分辨率（数值最小），常用扫描速度，扫描次数为 15。待仪器稳定后，采集空气本底背景，测量空气中水气在 $1\,554.4\text{ cm}^{-1}$ 吸收峰的半高宽。见图 5。

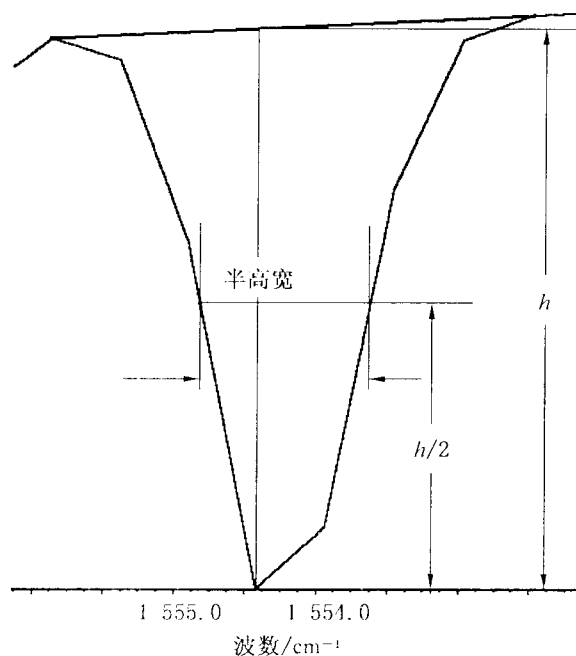


图 5 半高宽

7.4 本底光谱能量分布

按 7.1 条件设定仪器参数。待傅立叶变换红外光谱仪稳定后，采集空气本底背景，分别测量本底光谱中能量最高点波数处的能量 E_{\max} 和 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ 处的能量 $E_{4\,000}$ 。按公式 (4) 计算本底光谱能量分布。

$$\text{本底光谱能量分布} = E_{4\,000}/E_{\max} \quad (4)$$

式中： $E_{4\,000}$ —— $4\,000\text{ cm}^{-1}$ 处的能量；

E_{\max} ——能量最高点波数处的能量。

7.5 100%线的平直度

傅立叶变换红外光谱仪扫描范围为 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ，分辨力为 4.0 cm^{-1} ，常用扫描速度，扫描次数为 45。待傅立叶变换红外光谱仪稳定后，采集空气本底背景，扫描空气光谱。测量 $3\,200\text{ cm}^{-1}\sim 2\,800\text{ cm}^{-1}$ 、 $2\,200\text{ cm}^{-1}\sim 1\,900\text{ cm}^{-1}$ 和 $800\text{ cm}^{-1}\sim 500\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内 100% 线的透射比变化量。按公式 (5) 计算 100% 线的平直度。见图 6。

$$T_{100} = T_{100\max} - T_{100\min} \quad (5)$$

式中： T_{100} ——100% 线的平直度，%；

$T_{100\max}$ ——每段波数范围内透射比最大值，%；

$T_{100\min}$ ——每段波数范围内透射比最小值，%。

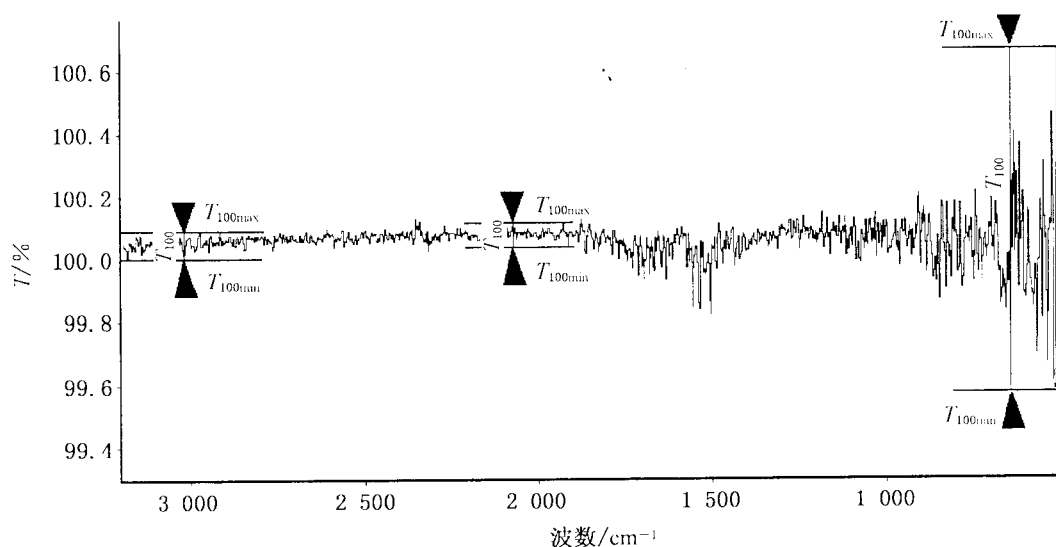


图6 100%线的平直度

7.6 噪声

在7.5取得的测量谱图中，手动测量计算 $2\ 100\ \text{cm}^{-1} \sim 2\ 000\ \text{cm}^{-1}$ 范围内噪声。按公式(6)计算噪声。见图7。

$$T_0 = T_{0\max} - T_{0\min} \quad (6)$$

式中： T_0 ——噪声，%；

$T_{0\max}$ ——每段波数范围内透射比最大值，%；

$T_{0\min}$ ——每段波数范围内透射比最小值，%。

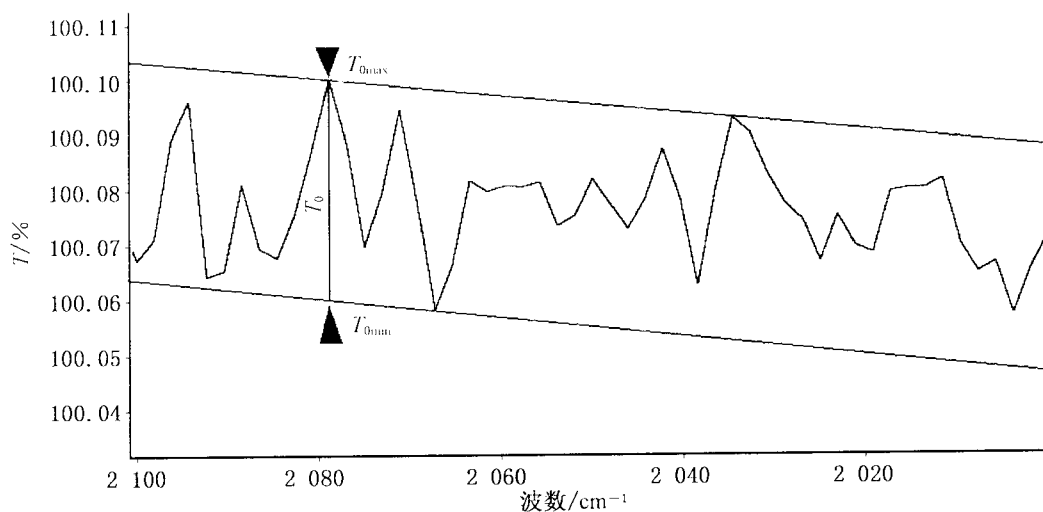


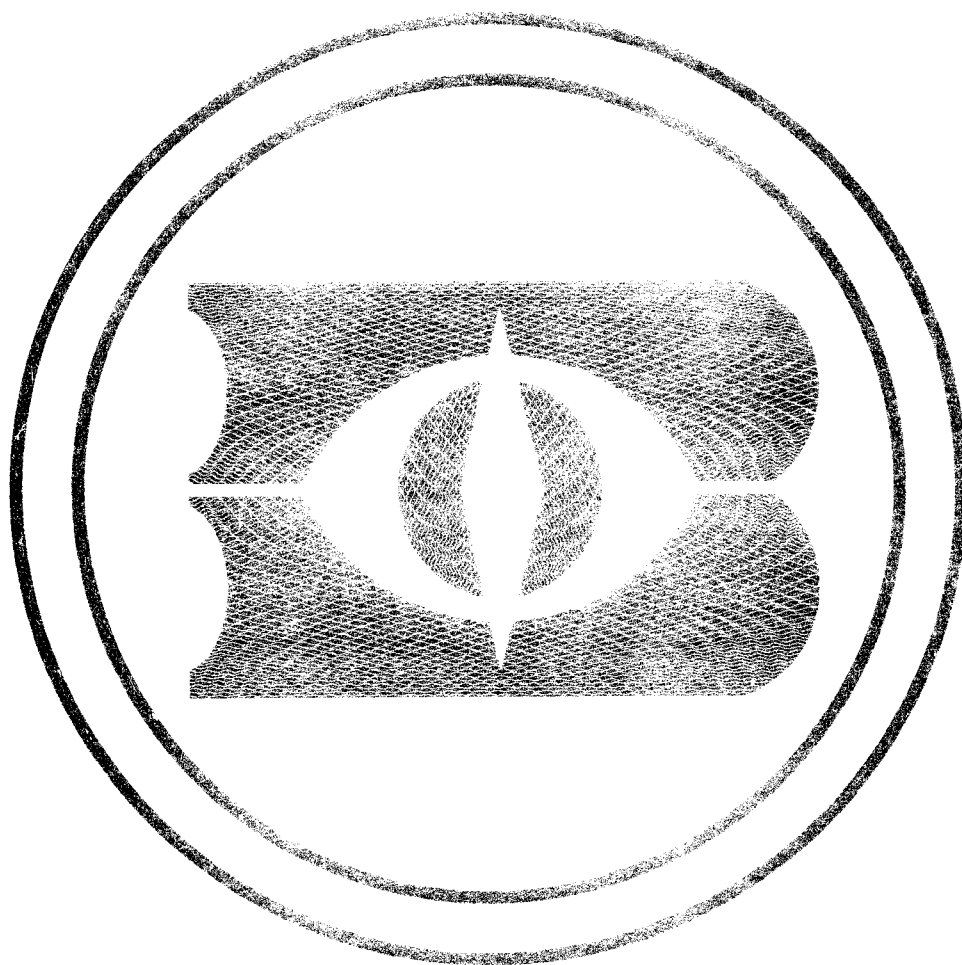
图7 噪声

8 校准结果表达

根据校准结果，发校准证书，所有校准项目及其结果均应在证书中反映。校准结果应包含标题、实验室名称和地址、送校单位的名称和地址、校准日期、校准所用测量标准的溯源性及有效性说明、校准结果及其测量不确定度的说明、校准环境等方面内容。

9 复校时间间隔

傅立叶变换红外光谱仪的复校时间间隔根据使用情况由用户确定，建议不超过1年。更换重要部件、维修或对仪器性能有怀疑时，应随时校准。



聚苯乙烯标准物质红外谱图

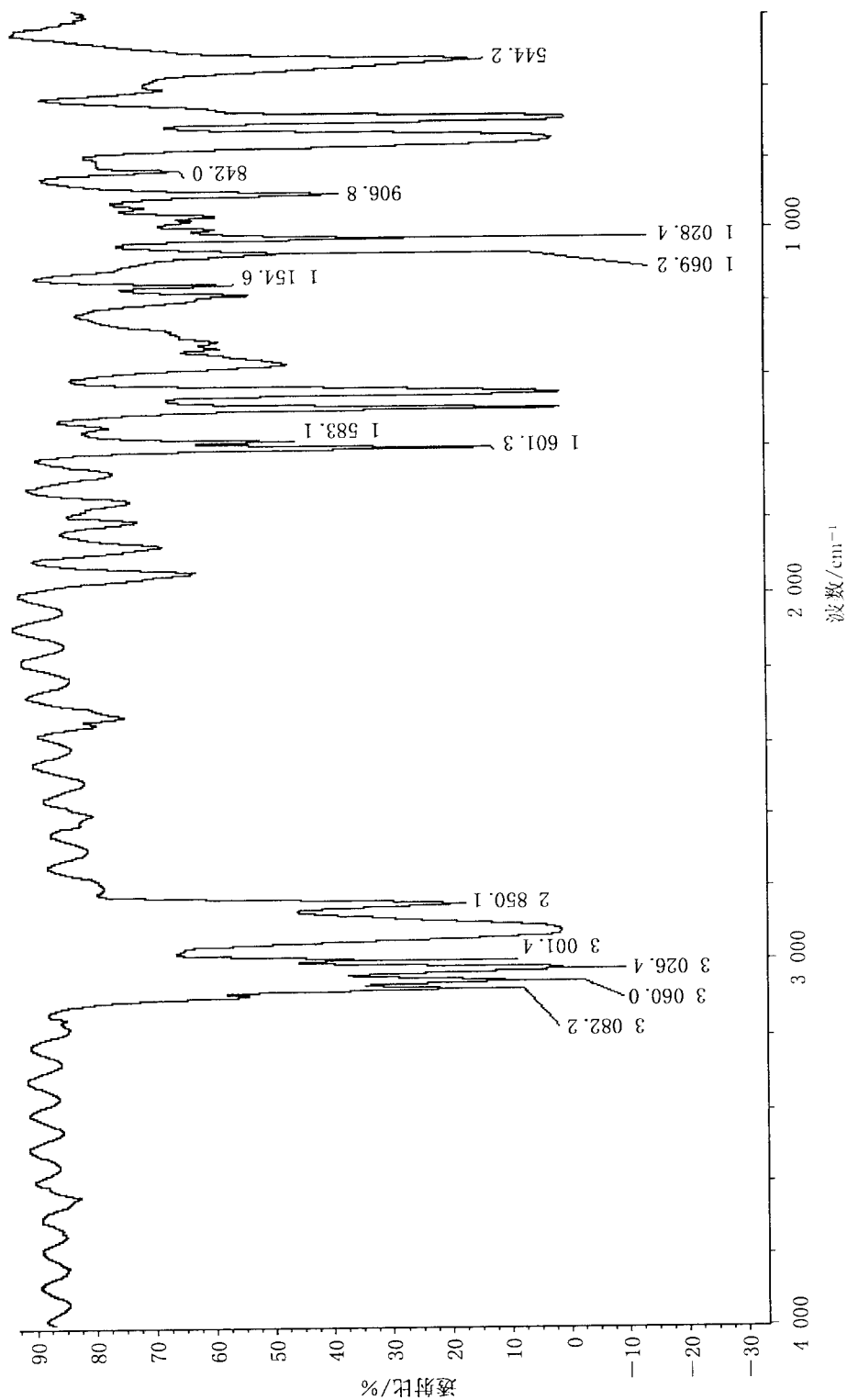


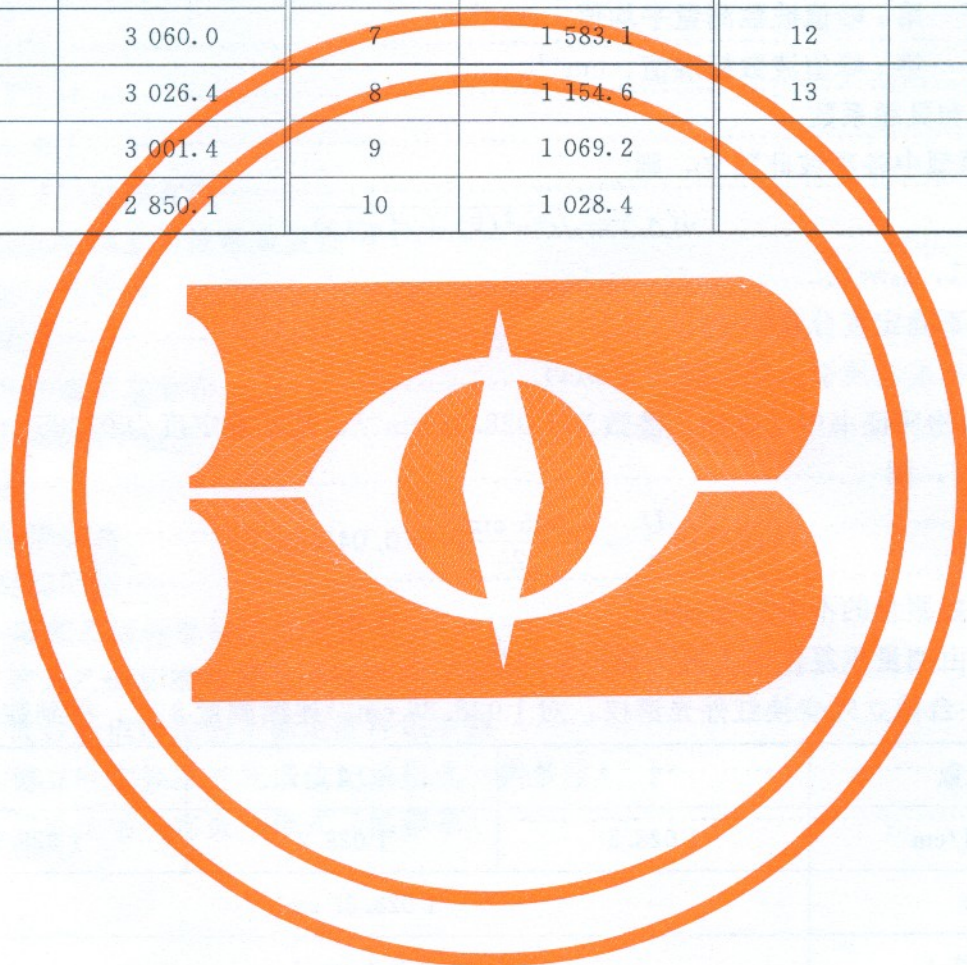
图 A.1 聚苯乙烯标准物质红外谱图

附录 B

聚苯乙烯标准物质红外吸收峰主要参考值

表 B.1 聚苯乙烯标准物质红外吸收峰主要参考值

序号	波数/cm ⁻¹	序号	波数/cm ⁻¹	序号	波数/cm ⁻¹
1	3 082.2	6	1 601.3	11	906.8
2	3 060.0	7	1 583.1	12	842.0
3	3 026.4	8	1 154.6	13	544.2
4	3 001.4	9	1 069.2		
5	2 850.1	10	1 028.4		



附录 C

波数示值误差的不确定度评定示例

C.1 建立数学模型

$$\Delta_\nu = \bar{\nu}_i - \nu$$

式中： Δ_ν ——波数示值误差， cm^{-1} ；

$\bar{\nu}_i$ ——第 i 峰值波数测量平均值， cm^{-1} ；

ν ——第 i 峰值波数标准值， cm^{-1} 。

C.2 方差和灵敏系数

数学模型中各项彼此独立，则

$$u(\Delta_\nu) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{\nu}) + c_2^2 u^2(\nu)}$$

其中： $c_1=1$ ， $c_2=1$ 。

C.3 标准不确定度分量评定

C.3.1 由标准物质引入的不确定度 $u(\nu)$

从标准物质证书中可查到，波数为 $1\,028.36\text{ cm}^{-1}$ ，其不确定度为 0.085 cm^{-1} ，包含因子 $k=2$ ，则

$$u(\nu) = \frac{U}{k} = \frac{0.085\text{ cm}^{-1}}{2} = 0.043\text{ cm}^{-1}$$

C.3.2 波数测量的不确定度 $u(\bar{\nu})$ C.3.2.1 由测量重复性引入的不确定度分量 u_1

选择一台傅立叶变换红外光谱仪，对 $1\,028.36\text{ cm}^{-1}$ 连续测量 3 次，得到数据如下：

次数	1	2	3
测量值/ cm^{-1}	1 028.5	1 028.2	1 028.1
$\bar{\nu}$	1 028.27 cm^{-1}		
极差 Δ	0.4 cm^{-1}		

$$s = \frac{\Delta}{k} = \frac{0.4\text{ cm}^{-1}}{1.64} = 0.25\text{ cm}^{-1}$$

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.25\text{ cm}^{-1}}{\sqrt{3}} = 0.15\text{ cm}^{-1}$$

C.3.2.2 仪器分辨力引入的不确定度分量 u_2

按该台傅立叶变换红外光谱仪，波数分辨力为 0.1 cm^{-1} ，考虑为均匀分布。

$$u_2 = \frac{0.1\text{ cm}^{-1}}{2\sqrt{3}} = 0.029\text{ cm}^{-1}$$

因 u_2 的值远小于 u_1 的值，可忽略。

$$u(\bar{\nu}) \approx u_1 = 0.15\text{ cm}^{-1}$$

C.4 合成标准不确定度

$$\begin{aligned}u(\Delta_\nu) &= \sqrt{c_1^2 u_1^2 + c_2^2 u_2^2} \\ &= \sqrt{(0.043 \times 1)^2 + (0.15 \times 1)^2} \text{ cm}^{-1} \\ &= 0.16 \text{ cm}^{-1}\end{aligned}$$

C.5 扩展不确定度

取 $k=2$ 时，扩展不确定度 U 为：

$$\begin{aligned}U &= ku(\Delta_\nu) = 2 \times 0.16 \text{ cm}^{-1} \\ &= 0.32 \text{ cm}^{-1}\end{aligned}$$

附录 D

傅立叶变换红外光谱仪记录格式（供参考）

委托方名称				记录编号	
委托方地址				校准日期	
型号规格				出厂编号	
制造厂				设备编号	
室温	℃	湿度	%RH	技术依据	
主要测量设备				外观	
1. 波数示值误差及重复性 (cm^{-1})					
标准值					
测量值	1				
	2				
	3				
平均值					
$\nu_i - \nu$					
$\nu_{\max} - \nu_{\min}$					
波数示值误差	在 $3\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近		在 $1\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近		
波数重复性	在 $3\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近		在 $1\,000\text{ cm}^{-1}$ 附近		
2. 透射比重复性 (%)					
峰的波数		10%处	cm^{-1}	20%处	cm^{-1}
测量值	1				
	2				
	3				
$T_{\max} - T_{\min}$					
透射比重复性					

3. 分辨力					
分辨率设定值/cm ⁻¹		测量项目			测量结果
		在 3 200 cm ⁻¹ ~2 800 cm ⁻¹ 范围内分辨个数			
分辨深度 /%		2 851 cm ⁻¹ (峰) 与 2 870 cm ⁻¹ (谷) 之间 分辨深度			
		1 583 cm ⁻¹ (峰) 与 1 589 cm ⁻¹ (谷) 之间 分辨深度			
		水的半峰宽/cm ⁻¹			
4. 本底光谱能量分布		$E_{4\,000} =$	$E_{\max} =$	$E_{4\,000}/E_{\max} =$	
5. 100%线的平直度 (%)					
3 200 cm ⁻¹ ~2 800 cm ⁻¹		2 200 cm ⁻¹ ~1 900 cm ⁻¹		800 cm ⁻¹ ~500 cm ⁻¹	
$T_{100\max}$		$T_{100\max}$		$T_{100\max}$	
$T_{100\min}$		$T_{100\min}$		$T_{100\min}$	
$T_{100\max} - T_{100\min} =$		$T_{100\max} - T_{100\min} =$		$T_{100\max} - T_{100\min} =$	
6. 噪声 (%)					
$T_{0\max} =$		$T_{0\min} =$		$T_{0\max} - T_{0\min} =$	
备注					

校准员 _____

核验员 _____

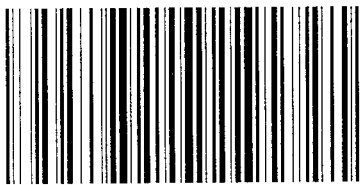
附录 E

校准证书（内页）格式（供参考）

1. 校准条件：

2. 校准结果：

序号	技术指标	校准结果
1	波数示值误差	
2	波数重复性	
3	透射比重复性	
4	分辨力	
5	本底光谱能量分布	
6	100%线的平直度	
7	噪声	



JJF 1319-2011

版权专有 侵权必究

*

书号：155026·J 2658

定价：21.00 元