



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СПЕКТРОМЕТРЫ ИНФРАКРАСНЫЕ

Описание и определение эксплуатационных показателей

СТ РК ASTM E 932-2011

ASTM E 932:89 (2007) Standard practice for describing and measuring performance of infrared spectrometers (IDT)

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на стандарте ASTM E 932:89 (2007) «Standard practice for describing and measuring performance of infrared spectrometers», авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением ASTM Интернешнел.

Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации № 33 «Нефтегазмаш».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 4 октября 2011 года № 517-од

3 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту США ASTM E 932:89 (2007) Standard practice for describing and measuring performance of infrared spectrometers (Стандартный метод для описания и определения эксплуатационных качеств дисперсионных инфракрасных спектрометров), авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением ASTM Интернешнел.

ASTM E168-2006 разработан подкомитетом E13.03 «Практическая инфракрасная спектроскопия» Комитета ASTM E13 «Научная молекулярная спектроскопия и разделения».

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты актуализированы.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2016 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СПЕКТРОМЕТРЫ ИНФРАКРАСНЫЕ**Описание и определение эксплуатационных показателей**

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к испытаниям дисперсионных инфракрасных спектрометров.

Настоящий стандарт не применим в качестве точного испытания для измерения эксплуатационных показателей спектрометров.

Настоящий стандарт не устанавливает требований, связанных с безопасностью применения настоящего метода. Необходимые требования по безопасности, охране здоровья и соответствующие ограничения устанавливает пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 «Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан».

ASTM E 131-2010* Standard Terminology Relating to Molecular Spectroscopy (Стандартная терминология по молекулярной спектроскопии).

ASTM E 168-2006* Standard Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методик проведения инфракрасного количественного анализа).

ASTM E 387-04 (2009)* Standard Test Method for Estimating Stray Radiant Power Ratio of Dispersive Spectrophotometers by the Opaque Filter Method (Стандартный метод испытаний для оценки отношения рассеянного лучистого потока дисперсионных спектрометров методом непроницаемого фильтра).

ASTM E 1252-98 (2007)* Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методик получения инфракрасных спектров для качественного анализа).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяются термины по ASTM E 131.

4 Назначение и применение

4.1 Настоящий стандарт предназначен для спектроскопистов, проводящих исследования в инфракрасной области спектра количественного и качественного анализа.

4.2 Настоящий стандарт устанавливает руководство по определению эксплуатационных качеств испытательных приборов, используемых в разработке аналитического метода. Руководства могут использоваться для сравнения инструмента специального применения с инструментами, используемыми в разработке настоящего метода.

4.3 В методику в области инфракрасной спектроскопии должно входить описание оборудования и эксплуатационных характеристик, необходимых для определения точности и погрешности метода.

5 Оборудование

5.1 В настоящем стандарте применяются дисперсионные оборудования с призмами, дифракционными решетками и фильтрами для разделения инфракрасного излучения на составляющие - длины волн.

5.2 Для каждого нового метода, описывают как физические, так и механические свойства приборов и оборудования в виде эксплуатационных показателей, согласно настоящему стандарту. В описании должны быть приведены численные значения, представляющие точность воспроизведения частоты, а также частоту и фотометрическую точность. Устанавливают максимальную ширину спектральной щели или программу ширины щели. Устанавливают максимальное и минимальное разрешения, если эти данные являются частью приборной панели. Показывают типичные спектры компонентов, получаемые прибором для установления необходимого разрешения.

5.3 Если используется компьютерная программа, то приводятся сведения об этой программе. В указанные сведения включают язык программирования и возможность использования, либо то, что программа является собственностью изготовителя.

6 Ссылка в стандартах на настоящий метод

6.1 Ссылка на настоящий стандарт должна быть приведена во всех стандартах по инфракрасной спектроскопии. Ссылка должна быть приведена в разделе о приборах, в котором описывается конкретный спектрометр.

7 Параметры спектроскопии

7.1 Дисперсионные инфракрасные спектрометры имеют источник квазимонохроматического излучения наряду с фотометром для измерения относительной мощности излучения. Основными показателями оборудования для спектроскопии, от которых зависит точность исследования, являются разрешение, линейность по ASTM E 168, мощность рассеянного излучения по ASTM E 387 и постоянные ячейки по ASTM E 1252.

Точность измерения настоящих показателей находится вне области применения настоящего стандарта.

8 Эксплуатация приборов

8.1 Химик-лаборант подбирает надлежащие условия эксплуатации прибора с целью получения удовлетворительных эксплуатационных показателей по [1], [2] и 3]. Так как дизайны приборов различны, следует изучить рекомендации производителя. Следует сохранить отчет об условиях эксплуатации таким образом, чтобы данные могли быть повторно использованы пользователями.

8.2 Помимо условий эксплуатации следует проверить и прописать в отчете следующее:

8.2.1 Температура окружающей среды;

8.2.2 Время срабатывания пикущего элемента;

8.2.3 Скорость разложения изображения;

ПРИМЕЧАНИЕ В некоторых приборах настоящие функции объединены в режим развертки (сканирования).

8.2.4 Уровень шума;

8.2.5 Механическая повторяемость.

8.3 Каждый из вышеуказанных показателей имеет значение при измерении аналитического волнового числа и фотометрических данных. Между зарегистрированными показаниями и правильными показаниями существует некоторое отставание. Правильный выбор условий эксплуатации и методы оптимальной воспроизводимой обработки образца сводят к минимуму подобные эффекты или же делают эти влияния воспроизводимыми. Например:

8.3.1 Изменение температуры монохроматора или образца может привести к изменениям точности и достоверности волнового числа.

8.3.2 Слишком быстрое разложение сместит видимое волновое число по направлению разложения и уменьшит показание пика поглощения для каждой полосы.

ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые приборы предусмотрены для автоматического разложения и корректировки этого эффекта.

8.4 Механическая повторяемость монохроматора и системы показания также как и расположение бумажной ленты важна при измерении волнового числа.

8.4.1 Бумажную ленту следует проверить на однородность отпечатанной цены деления после получения и перепроверить во время использования, в особенности, если бумага подверглась резковыраженным изменениям из-за влажности. Инструкции по получению надлежащей механической повторяемости могут быть представлены в литературе изготовителя.

8.5 В случае использования компьютеризированных дисперсионных приборов, любой спектр, напечатанный с компьютерного файла, должен быть получен по предписанию изготовителя и он должен быть идентичен исходным данным.

Точность и погрешность

9 Определения

9.1 Точность волнового числа: измерение способности спектрометра возвращаться в такое же спектральное положение, которое измерялось ярко очерченной полосой поглощения или излучения при перезагрузке или повторном разложении. Коэффициент, используемый в настоящем стандарте, является среднеквадратическим отклонением.

9.2 Погрешность волнового числа: отклонение среднего показания волнового числа полосы поглощения или полосы пропускания от известного волнового числа этой полосы.

10 Свойства испытания

10.1 С целью калибровки во многих методах применяются чистые соединения и общепризнанные смеси при установленных аналитических волновых числах. Волновые числа считаются либо с номерного диска, оптического дисплея, бумажной ленты либо с компьютерного файла.

11 Эталонные волновые числа в инфракрасной области [2]

11.1 Рекомендуемые точки калибровки волнового числа являются максимумами поглощения стандартной смеси индена/камфоры/циклогексанона (98,4/0,8/0,8 по весу), представленной в Таблице 1. Соответствующая длина волны составляет 0,2 мм для диапазона от 3800 см^{-1} до 1580 см^{-1} и 0,03 мм для диапазона волнового числа от 1600 см^{-1} до 600 см^{-1} . Смесь, содержащая равные части по весу индена, камфоры и циклогексанона (1/1/1 по весу) при длине пути 0,1 мм, может использоваться в диапазоне от 600 см^{-1} до 300 см^{-1} (см. Таблицу 2 и Рисунок 1).

11.2 Полистирол также является удобным калибровочным эталоном для диапазона волнового числа от 4000 см^{-1} до 400 см^{-1} . Полистироловые пленки толщиной приблизительно от 0,03 мм до 0,05 мм могут быть приобретены у изготовителей приборов. Рекомендуемые калибровочные пики по порядку представлены на Рисунке 2.

ПРИМЕЧАНИЕ Поправка частоты для показателя преломления воздуха имеет большое значение в вычислении волнового числа только когда длина волн измеряется с погрешностью менее 3 частей на 10000 частей. Дополнительные эталонные волновые числа, представляющие интерес, приведены в [3].

11.3 Для призм с малым разряжением или работающим в однолучевом режиме, может быть целесообразным расположение полосы из атмосферной двуокиси углерода 2350 см^{-1} . Указанная полоса может быть раздвоена. Величина 2350 см^{-1} предназначена для приблизительного центра между двумя разветвлениями. В области низкого волнового числа используется полоса атмосферной двуокиси углерода 667 см^{-1} .

12 Испытание на динамическую погрешность

12.1 Для дисперсионно измеряемых спектров целесообразно следующее испытание на динамическую погрешность для использования с большинством дифракционных и призмных спектрометров [4 и 5].

12.2 Спектр смеси индена/камфоры/циклогексанона (98,4/0,8/0,8) повторно измеряется от 1350 см^{-1} до 850 см^{-1} на одной четвертой частоты развертки, используемой для эталонного спектра, а также при других неизменных условиях эксплуатации.

Высота от базисной прямой полос при $1288,0 \text{ см}^{-1}$, $1226,2 \text{ см}^{-1}$, $1205,1 \text{ см}^{-1}$, $1018,5 \text{ см}^{-1}$ и $914,7 \text{ см}^{-1}$ измеряется в единицах поглощения на обоих быстро и медленно разложенных (разверстанных, сканированных) графиках. Отношения поглощения $A_{1226,2}/A_{1288,0}$, $A_{1205,1}/A_{1226,2}$ и $A_{914,7}/A_{1018,5}$ не должны отличаться более чем на $\pm 0,02$ между быстрым и медленным интервалами измерения.

ПРИМЕЧАНИЕ Инден/камфора/циклогексан должны находиться в запечатанных, охлажденных (замороженных) ампулах.

Таблица 1 – Калибровочные полосы рекомендуемой смеси индена-камфоры-циклогексана (98,4/0,8/0,8)

Номер полосы	Волновое число, см^{-1}	Номер полосы	Волновое число, см^{-1}
1	$3927,2 \pm 1,0$	44а	1741,9
2	3901,6	44б	1713,4
3	3798,9	47	1661,8
5	$3660,6 \pm 1,0$	48	1609,8
8	$3297,8 \pm 1,0$	49	1587,5
9	3139,5	51	1553,2
10	3110,2	53	$1457,3 \pm 1$
12	3025,4	54	1393,5
15	2887,6	55	1361,1
17	2770,9	57	1312,4
19	2673,3	58	1288,0
20	2622,3	60	1226,2
21	$2598,4 \pm 1,0$	61	1205,1
23	2525,5	62	1166,1
28	2305,1	64	1122,4
29	2271,4	66	$1067,7 \pm 1,0$
30	2258,7	67	1018,5
33	2172,8	69	947,2
34	$2135,8 \pm 1,0$	70	942,4
35	2113,2	71	914,7
36	2090,2	72	861,3
39	1943,1	73	830,5
40	1915,3	74	765,3
41	1885,1	76	718,1
42	1856,9	77	$692,6 \pm 1,0$
44	$1797,7 \pm 1,0$		

Таблица 2 - Калибровочные полосы рекомендуемой смеси индена-камфоры-циклогексана (1/1/1)

Номер полосы	Волновое число, см^{-1}
1	562,1
2	551,7
3	521,4
4	$490,2 \pm 1,0$
5	420,5
6	393,1
7	381,6
8	301,4

13 Выбор ширины щели или программы щели

13.1 Одним из наиболее важных параметров, которые должен подобрать химик-лаборант, является спектральная ширина щели. Ширина щели влияет на разрешение и отношение сигнала к шуму (S/N). В общем, меньшая ширина щели дает большее разрешение и меньшее отношение S/N. Их следует оптимизировать для любого представленного анализа.

13.2 Предпочтительно выражать разрешение через ширину спектральной полосы, но методы измерения такого количества во всех областях спектра не имеются в наличии.

13.2.1 Ширина спектральной полосы не является постоянной на протяжении спектра и, следовательно, она должна определяться в каждой области, представляющей интерес. В окружении 1200 см^{-1} ширина спектральной полосы может определяться приблизительно из отношения $A_{1205,1}/A_{1226,2}$ из смеси индена/камфоры/циклогексанона (98,4/0,8/0,8), вычисленная в испытании на динамическую погрешность, как представлено в Таблице 3.

13.3 В каждом методе по инфракрасному излучению типичные спектры компонентов или спектр соответствующей смеси компонентов, должны быть включены для иллюстрации разрешения, которое посчитали соответствующим для проведения анализа. Указанные спектры должны быть прямыми копиями спектров, построенных на графике, а не перечерченными кривыми.

Фотометрия

14 Линейность абсорбции

14.1 В спектрометрическом методе фотометрические данные используются для определения концентрации. Линейность абсорбции является функцией выходного сигнала прибора. Связь должна определяться в диапазоне концентрации, представляющей интерес.

14.2 Методика измерения линейности и установления рабочих кривых изложена в ASTM E 168.

14.3 Для некоторых методов количественного анализа не требуется линейный отклик. Основным критерием этих методов является – дает ли метод правильные ответы для известных образцов.

15 Методика измерения точности воспроизведения частоты и погрешности

15.1 Из Таблиц 1-3 выбирают градуированные (калиброванные) волновые числа, предпочтительно заключая каждое аналитическое волновое число в скобки и считывая каждое волновое число десять раз.

15.2 Выводят среднее число наблюдаемых показаний для каждого волнового числа. Точность волнового числа является разницей между истинным волновым числом и усредненным наблюдаемым волновым числом.

ПРИМЕЧАНИЕ Для того чтобы проверить точность волнового числа разлагающего прибора, прибор приводят в равновесие при истинном значении максимума поглощения. Проводят регулировку устройства волнового числа до тех пор, пока не обнаружат максимальное кажущееся поглощение. Всегда подводят линию или полосу с одного и того же направления. Повторяют десять раз.

15.3 Вычисляют погрешность каждого наблюдаемого волнового числа, используя следующее уравнение:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где,

s – приблизительное среднеквадратическое отклонение серии результатов;

X_i – отдельная наблюдаемая величина (волнового числа, поглощения или пропускания);

$\bar{X}$ – средняя величина (среднеарифметическое) наблюдаемых значений;

n – число наблюдений.

15.4 Результаты должны быть установлены в следующем порядке: истинное положение пика эталонного материала, средняя величина определенного волнового числа и среднеквадратическое отклонение волнового числа.

16 Методика измерения фотометрической погрешности

16.1 Фотометрическая погрешность представляет собой способность фотометрической системы воспроизводить одно и то же значение в последовательных определениях. Показатель погрешности, используемый в настоящем стандарте, является среднеквадратическим отклонением.

16.2 Фотометрическая погрешность определяется калибровочным образцом путем измерения поглощения или пропускания одного и того же образца десять раз, следуя той же процедуре, которая использовалась для получения данных испытания на линейность.

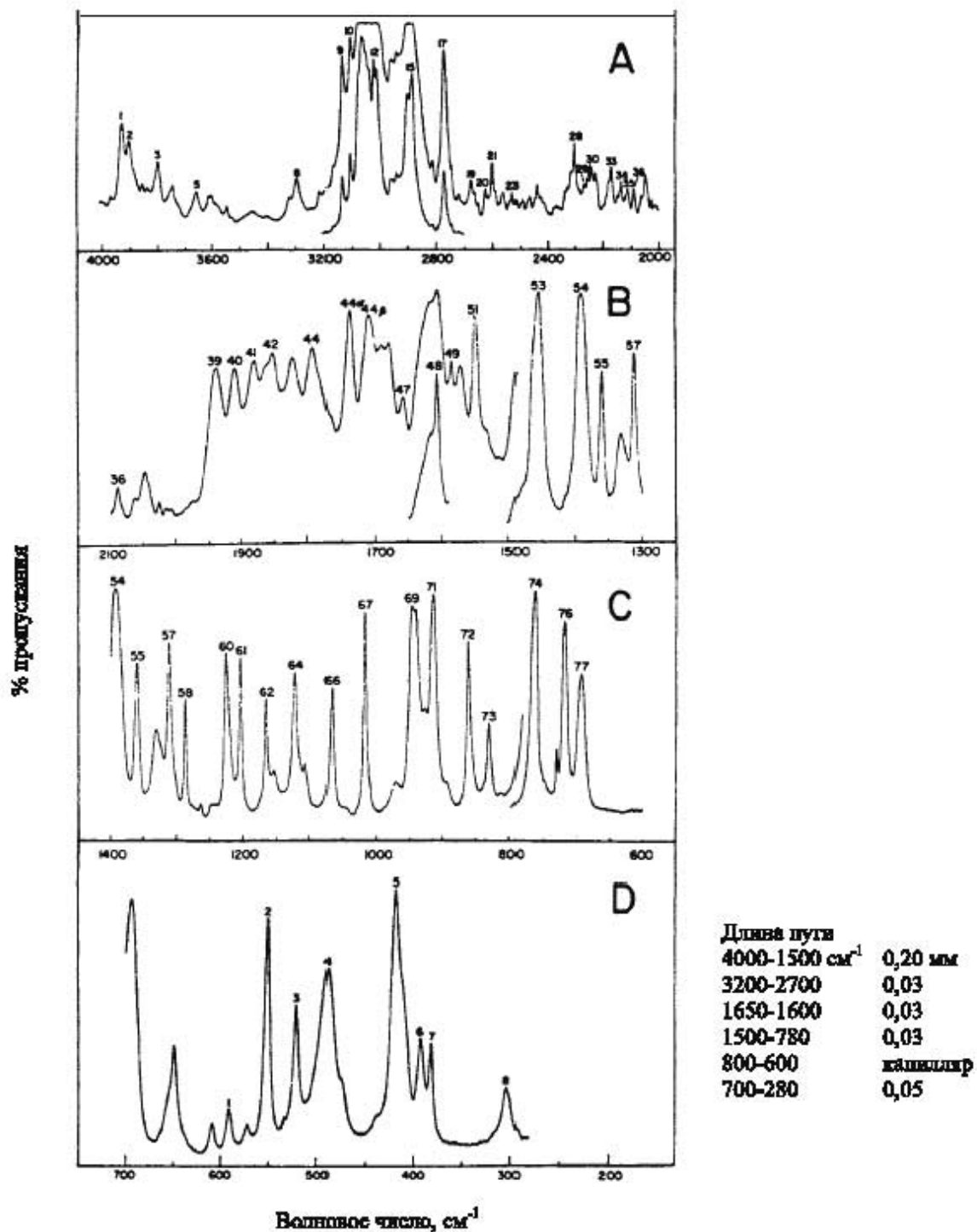
16.3 Отдельные показания кажущегося поглощения или пропускания заносят в таблицу. Вычисляют среднеквадратическое отклонение десяти показаний, используя формулу, представленную в 15.3. Среднее показание и среднеквадратичное отклонение протоколируют.

17 Мощность рассеянного излучения

17.1 Мощность рассеянного излучения (SRP) приводит к погрешности в показании нулевого пропускания спектрометра. При измерении с обозначенной длиной пути эталонный спектр индена/камфоры/циклогексана должен показывать в основном нулевое пропускание на $3050,0 \text{ см}^{-1}$, $1609,6 \text{ см}^{-1}$ и $765,4 \text{ см}^{-1}$. Испытательные спектры при данных волновых числах должны соответствовать нулевому пропусканию спектрометра в пределах допуска изготовителя. Слой чистого индена в 0,4 мм почти полностью поглощается при 392 см^{-1} , 420 см^{-1} и 551 см^{-1} , и это может использоваться для установления мощности рассеянного излучения менее 600 см^{-1} . Это не должно превышать 2 % пропускания при волновых числах более 600 см^{-1} ; допустимое количество при меньших волновых числах остается на усмотрение эксперта.

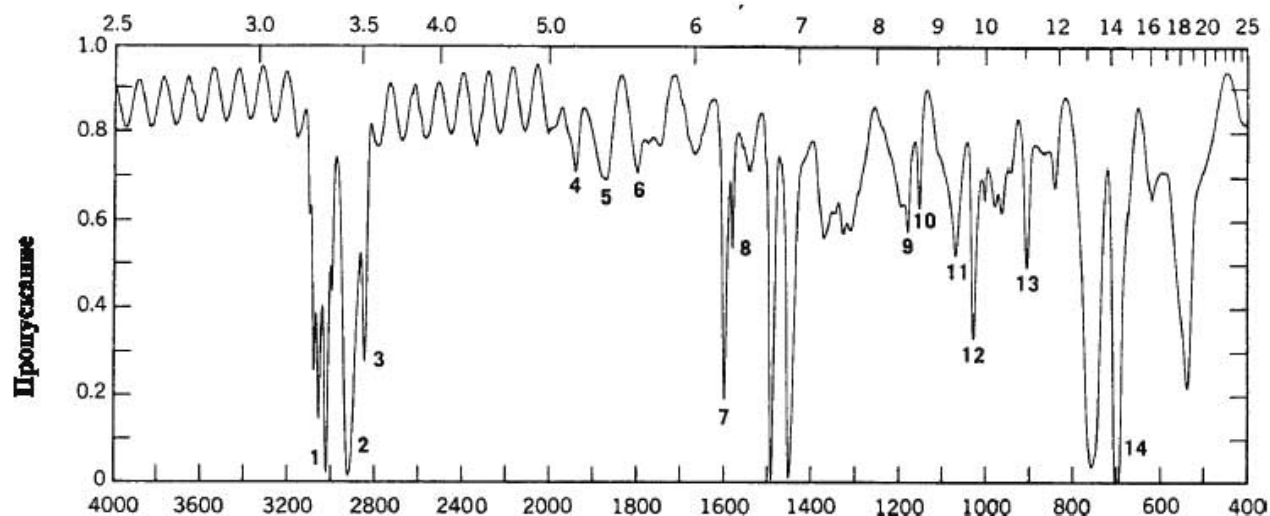
18 Оценка эксплуатационных показателей

18.1 Эксплуатационные показатели отвечают требованиям, когда результаты испытания эквивалентны испытаниям на приборе (-ах), используемых в разработке определенного метода.



ПРИМЕЧАНИЕ По поводу cm^{-1} пронумерованных максимумов (см. Таблицу 1 и Таблицу 2).

Рисунок 1 – Определяющие спектры IUPAC для смеси индена –камфоры – циклогексанона: А-С, смесь 98,4/0,8/0,8; D, 1/1/1. [5]
Длина волны, мкм

Волновое число, см⁻¹

№ полосы	Длина волны (воз-дух), мкм	Волновое число (вакуум) см ⁻¹
1	3,3026	3027,1
2	3,4190	2924
3	3,5070	2850,7
4	5,1426	1944,0
5	5,3433	1871,0
6	5,5491	1801,6
7	6,2428	1601,4
8	6,3150	1583,1
9	8,4622	1181,4
10	8,6609	1154,3
11	9,3511	1069,1
12	9,7250	1028,0
13	11,026	906,7
14	14,304	698,9

Прибор: BeckmanIR9; Подавление (гашение): нет; Приращение: 2 %; Спектральная ширина щели: от 1,7 см⁻¹ до 2,7 см⁻¹; Скорость сканирования: 100 см⁻¹/мин для 400-2000 см⁻¹; 200 см⁻¹/мин для 2000-4000 см⁻¹; Период: 2; Толщина образца: 40 мкм; Ширина щели: подбирают (3 × эталон).

Рисунок 2 – Спектр полистирола, показывающего опорные (эталонные) волновые числа в инфракрасной области (5)

Таблица 3 – Приблизительное разрешение, упорядоченное с коэффициентов инденовой полосы

A 1205,1/A 1226,2	Спектральная ширина щели (см ⁻¹)
0,80	4,0-5,0
0,85	3,0-3,5
0,90	2,0-2,5
0,95	1,0-1,5
0,97	<1,0

Библиография

- [1] Поттс У. Дж. Инфракрасная спектроскопия в области химии, том 1, методы, John Wiley and Sons, Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1963.
- [2] Поттс У.Дж., Джр. и Смит А.Л. Оптимизация эксплуатационных характеристик инфракрасных спектрометров «Прикладная оптика», том 6, 1967 г., стр. 257.
- [3] Смит А. Ли «Прикладная инфракрасная спектроскопия», серия технического анализа, том 54, John Wiley and Sons, Нью-Йорк, штат Нью-Йорк
- [4] Справочник общества Кобленц по инфракрасной области спектров, под редакцией Клары Д. Карвер, The Coblenz Society, Inc., 1977 г.
- [5] Джоунс Р.Н. и Надеау А «Канадский журнал по спектроскопии», том 20, март/апрель, 1975 г., стр. 35-42.
- [6] «Таблицы по волновым числам для калибровки инфракрасных спектрометров», Теоретическая и прикладная химия (Butterworths, Лондон, Англия), том 1, № 4, 1961 г, стр. 539 – 699.

Приложение Д.А
(информационное)

**Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным
международным стандартам (международным документам)**

**Таблица Д.А - Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным
международным стандартам (международным документам)**

Обозначение и наименование международного стандарта, международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ASTM E 168-2006 Standard Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методик проведения инфракрасного количественного анализа)	IDT	СТ РК АСТМ Е 168* Стандартные методы инфракрасного многомерного количественного анализа
ASTM E 1252-98(2007)* Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis (Практика для общих методов получения инфракрасных спектров количественного анализа)	IDT	СТ РК АСТМ Е 1252* Спектрометрия инфракрасная. Метод получения инфракрасных спектров для качественного анализа
* Подлежит публикации		

УДК 664.1.543.573:006.354

МКС 71.040.50

Ключевые слова: инфракрасная спектроскопия; молекулярная спектроскопия, инфракрасные спектрометры, эксплуатационные показатели
