

## MV\_RR\_CNJ\_0001 傅里叶变换红外光谱方法通则

### 1. 傅里叶变换红外光谱方法通则说明

编号	JY/T 001—1996
名称	(中文)傅里叶变换红外光谱方法通则 (英文)General rules for Fourier transform infrared spectrometer
归口单位	国家教育委员会
起草单位	国家教育委员会
主要起草人	胡克良 林 水水
批准日期	1997年1月22日
实施日期	1997年4月1日
替代规程号	无
适用范围	本通则规定了傅里叶变换红外光谱仪近红外、中红外、远红外波段的定性、定量分析方法。适用于各种类型的傅里叶变换红外光谱仪。
主要技术要求	1 定义 2 方法原理 3 试剂、材料 4 仪器 5 样品和制样方法 6 分析步骤 7 分析结果表述
是否分级	无
检定周期(年)	
附录数目	4
出版单位	科学技术文献出版社
检定用标准物质	
相关技术文件	
备注	

### 2. 傅里叶变换红外光谱方法通则的摘要

本通则规定了傅里叶变换红外光谱仪近红外、中红外、远红外波段的定性、定量分析方法。适用于各种类型的傅里叶变换红外光谱仪。

## 3 定义

本通则采用如下定义。

### 3.1 迈克尔逊干涉仪 Michelson Interferometer

由相互垂直的动镜、固定镜和分束器组成，移动动镜能产生明暗相间的干涉条纹。

### 3.2 干涉图 Interferogram

一般指由干涉仪产生的明暗相间的干涉条纹,在傅里叶红外光谱仪(以下简称FTIR)中指由迈克尔逊干涉仪获得的光源的复合光干涉图,其形态是零光程差极大、两边迅速衰减的对称图形,干涉图包含了入射光源光谱的全部信息。

### 3.3 分束器 Beamsplite

为一半透膜,它可使入射光50%透射,50%反射。

### 3.4 傅里叶变换红外光谱仪(FTIR) Fourier Transform Infrared Spectrometer

利用干涉调频技术和傅里叶变换方法获得物质红外光谱的仪器。

### 3.5 衰减全反射(ATR) Attenuated Total Reflectance

红外光以大于临界角入射到紧贴在样品表面的高折光指数晶体时,由于样品折光指数低于晶体,发生全反射,红外光只进入极浅的表层,只有某些频率入射光被吸收,另一些则被反射,测量这一被衰减了的辐射就得到样品的衰减全反射光谱。

### 3.6 漫反射(DIR) Diffuse Reflection

光束入射到粉末状晶体样品时,会产生表面反射、透射、晶体内反射等多重反射,不同方向反射光使样品产生了多向辐射光,即为漫反射,由漫反射技术得到的红外光谱称为红外漫反射光谱。

### 3.7 镜反射(MR) Mirror Reflectance

在平整的样品表面入射光不能透过样品时,光以一定角度入射到样品表面会产生反射,这种测谱方法称之为镜反射。

### 3.8 红外发射光谱(EMP) Infrared Emission Spectroscopy

样品被加热时产生红外辐射,测量其红外辐射,即为红外发射光谱。

### 3.9 气相色谱-傅里叶变换红外光谱联用技术(GC/FTIR) Gas Chromatography—Fourier Transform Infrared Spectrometer

把气相色谱仪通过接口与傅里叶变换红外光谱仪相连,利用气相色谱的高效分离功能和傅里叶变换红外光谱的结构分析能力,对混合物进行分析鉴定的技术。

### 3.10 高效液相色谱—傅里叶变换红外光谱联用技术(HPLC/FTIR) High Performance Liquid Chromatography—Fourier Transform Infrared Spectrometer

把液相色谱仪通过接口与傅里叶变换红外光谱仪相连,利用液相色谱的高效分离功能和傅里叶变换红外光谱的结构分析能力,对混合物进行分析鉴定的技术。

### 3.11 傅里叶变换红外光声光谱(PAS/FTIR) Fourier Transform Infrared Photoacoustic Spectroscopy

调制的红外光入射到置于密封光声池中的样品上,样品选择性吸收红外光表面被加热引起表面空气层振动产生声波,声波为微音放大器接收转换为红外吸收信号,称为傅里叶变换红外光声光谱。

### 3.12 傅里叶变换显微红外(MIC/FTIR) Fourier Transform Infrared Microscopy

利用红外显微镜测量微量样品或样品微区的傅里叶变换红外光谱,称为傅里叶变换显微红外。

### 3.13 傅里叶变换高压红外(HP/FTIR) High Pressure Fourier Transform Infrared Spectrometer

使用特殊材料制成的高压样品池,把样品在高压下制样测量,获得样品傅里叶变换红外光谱。

### 3.14 傅里叶变换红外拉曼光谱(Raman/FTIR) Fourier Transform Infrared Raman Spectroscopy

用激光束照射样品产生喇曼散射,喇曼散射光为傅里叶变换光谱仪接收检测,获得的光谱称为傅里叶变换喇曼光谱。

### 3.15 拼和溶剂技术 Split solvent technique

利用溶剂的红外透明区，多种溶剂分别溶解试样，分段测量，组成一张完整的无溶剂吸收谱带的样品的红外光谱图的技术。

### 3.16 其他所用术语按 GB8322—1987 分子吸收光谱法术语

## 4 方法原理

分子的每一运动状态都具有一定能量，它们分别是：转动能、电子的运动能、组成分子的原子振动能和平动能。当红外辐射与物质分子有选择性地相互作用时，分子就吸收或发射一定频率的红外辐射。振动能级的吸收或发射对应于中红外、近红外波段；转动能级的吸收和发射在远红外波段；红外光谱仪就是记录这种吸收或发射电磁波的仪器，得到的是以等间隔波数为横坐标、吸光度或透过度为纵坐标表示的谱图即红外光谱图。不同物质对红外辐射的吸收不同，其红外光谱图也不相同；吸收光谱的谱带强度服从朗伯—比尔定律，这些便是红外光谱进行定性定量及物质结构分析的理论根据。发射光谱是以样品为红外辐射源，来测量样品的红外发射光谱。发射强度取决于发射温度和物质结构。物质的发射谱带同样也是吸收谱带。利用物质吸收或发射红外光谱原理，可以对物质进行定性定量及结构分析。

## 5 试剂、材料

各波段红外光谱分析常用化学试剂、红外窗口材料见附录A、附录B。

## 6 仪器

### 6.1 仪器组成

从红外光源发出的红外光，经迈克尔逊干涉仪干涉调频后入射至样品，透过(或反射)后到达检测器，透过光包含了样品对每一频率的吸收信息，将检测器检测到的光强(干涉图)信号输入计算机进行傅里叶变换处理，结果以红外光谱图的形式输出，并由计算机通过接口对仪器(光学台)实施控制。

#### 6.1.1 光源室

由红外发光元件提供红外辐射。由于每种光源只能发射具有一定强度、有限波段范围的光，因此测定不同波段的光谱时需要选择相对应的光源。

表 1 是各波段常用的几种红外光源。

表 1 几种常用红外光源

类型	使用范围( $\text{cm}^{-1}$ )	特点
碘钨灯	24000~4500	功率大、能量高、寿命长、稳定性好
硅碳棒	15000~50	功率大、能量高、范围宽、水冷却
金属丝	4500~400	小功率、风冷却
高压汞灯	100~5	高功率、水冷，适用于远红外

#### 6.1.2 干涉仪

干涉仪是FTIR的最重要的组成部分，通常采用的是迈克尔逊干涉仪(图 2)。由一组反射

镜和分束器组成。仪器的波段范围也和分束器类型有关，常用分束器见表2。

### 6.1.3 样品室

放置样品的池、架或附件的空间单元。

样品池窗口材料应具有红外高透明性；常用窗口种类和波段范围见附录B。

各类附件及功能按6.1.6、6.1.7、6.1.8。

### 6.1.4 检测器

傅里叶变换红外光谱仪要求检测器响应速度快，灵敏度高，测量波段宽，且有较好的检测线性。使用选择按附录C。

表 2 常用分束器类型和适用波段范围

类 型	光谱范围/cm <sup>-1</sup>
石 英	25000~3300 9000~1200
BaF <sub>2</sub> (镀Si)	9000~900
KBr(镀Ge)	7800~400
CsI(镀Ge)	6000~225
固体远红外分束器	650~20
涤纶薄膜(μm)	700~125
3	500~100
6.5	240~70
12.5	135~40
25	90~25
50	40~10
100	

#### 6.1.4.1 热释电型检测器

利用硫酸三甘肽晶体(简称TGS)极化随温度改变的特性制成的一种红外检测器，经氟化处理称为DTGS，检测波段范围根据其窗口材料而定，适用于中、远红外波段。是目前最广泛使用的检测器。

#### 6.1.4.2 光电导型和光伏型

利用入射光子与探测材料中的电子能态作用产生载流子的原理制成的检测器为光电导型；不均一的半导体受光照射时，在某一部分产生电位差，输出电信号的原理制成的则称为光伏型。宽禁带的半导体硫化镉和半导体金属化合物铋化汞混合配制而成的称为MCT检测器，需在液氮条件下工作。MCT检测器的灵敏度很高，至少比DTGS大10倍。

#### 6.1.4.3 电阻式检测器

它利用某些物质有很大的温度系数，当温度有轻微改变时，电阻值就有很大变化。用这个原理制成的测热辐射计，有极高检测灵敏度和快速的响应时间，可以检测调制频率1kHz左右的信号，是目前最好的远红外检测器，需要在液氮下工作。

#### 6.1.4.4 光声检测器

光声检测器集样品室、检测器于一体。在光声池内，样品吸收调制的红外光后转变成热波辐射出来，热波在样品表面经耦合后变为声波，声波再经微音器转换后变成电信号输出。声波的频率取决于红外光的调制频率。

### 6.1.5 数据处理系统

数据处理系统是傅里叶变换红外光谱仪的重要组成部分，它的功能是对仪器实施控制，采集数据和数据处理，包括以下部分：

- 1) 计算机；

- 2) 输入输出接口;
- 3) 绘图仪;
- 4) 实施仪器控制、数据处理的系统软件。

## 6.1.6 附件

### 6.1.6.1 通用附件

#### 6.1.6.1.1 压模

固体样品压片用。压块和压杆由钨钢或工具钢制成。压块平面淬火精磨、抛光,以保证有足够硬度和光洁度。见GB6040第3.3.4。

#### 6.1.6.1.2 液体池

液体池是溶液样品测量附件,有多种形式;所用窗口见附录B。

1) 固定池 由两片窗口材料和经汞齐化的铅片隔膜及固定板组成,池厚度固定,适用于易挥发溶液。常用池的厚度有0.1、0.2、0.5、1.0、2.0mm等,用于定量分析时可以保证池的厚度不变。固定池不适用于太粘稠的液体样品。

2) 可拆池 可拆池适用于常温下不易挥发的液体样品,池厚度由铅片或聚四氟乙烯垫片的厚度决定。常用的有0.025、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0mm等。可拆液体池池体及窗口清洗方便。

3) 可变厚度液体池 可变厚度液体池没有垫片,一个窗口固定在池体上,另一个则被有精确刻度的千分螺杆推到活塞密封垫片处,可以方便地得到试样需要的厚度。用在双光束仪器的参比光路上,对补偿溶剂的吸收十分方便。

有些窗口因为在空气中潮解,使用完毕应放在干燥器中保存,模糊不透明时应重新抛光。由于液体池垫片受长期压缩或窗口材料腐蚀,池的厚度会产生变化,因此使用前必须测量或定期检测。测量方法按GB6040的3.7.4。

#### 6.1.6.1.3 气体池

常规气体测试按GB6040的3.4.1;微量成分可用长光程气体池。气体池窗口材料按附录B。

### 6.1.6.2 特殊附件

#### 6.1.6.2.1 ATR(衰减全反射)附件

#### 6.1.6.2.2 DIR(漫反射)附件

#### 6.1.6.2.3 MR(镜反射)附件

#### 6.1.6.2.4 EMP(发射光谱)附件

#### 6.1.6.2.5 偏振器

### 6.1.6.3 联机检测装置

#### 6.1.6.3.1 GC/FTIR

#### 6.1.6.3.2 LC/FTIR

#### 6.1.6.3.3 PAS/FTIR

#### 6.1.6.3.4 MIC/FTIR

#### 6.1.6.3.4 MIC/FTIR

#### 6.1.6.3.5 HP/FTIR

#### 6.1.6.3.6 Raman/FTIR

## 7 样品和制样方法

### 7.1 样品种类

#### 7.1.1 气体

各类气体池(见6.1.6.4)的光程长度、池内气体分压、总压力、温度都是影响谱带强度和

形状的因素。某些气体分子间的氢键对压力、温度也很敏感。通过调整池内气体样品浓度(如降低分压、注入惰性气体稀释等)、气体池长度等可获得满意的谱带吸收强度。多次反射式长程气体池可以获得低浓度的气体光谱。测量样品时,  $\text{CO}_2$ 、 $\text{H}_2\text{O}$  的干扰可用差谱方法或用和样品池同样长度的空池消除。为了避免某些气体吸附在气体池上, 可以用干燥氮气吹扫或在一定温度下减压除去。有些气体如 $\text{SO}_2$ 、 $\text{NO}_2$ 能和碱金属卤化物窗口起反应, 要改用 $\text{ZnSe}$ 或其他窗口。高压聚乙烯窗口可以测量 $500\text{cm}^{-1}\sim 5\text{cm}^{-1}$ 远红外的光谱。定量分析时对池内气体样品的分压应准确计量。

## 7.2 液体

液体样品包括液态纯物质和溶液。

因为水的吸收太强, 且 $\text{KBr}$ 、 $\text{NaCl}$ 等窗口材料都能被水溶解, 一般不推荐用水做溶剂。如需测量水溶液时应选择耐水窗口如 $\text{CaF}_2$ 、 $\text{KRS-5}$ 、 $\text{ZnSe}$ 等; 选用液体ATR或流动ATR测量, 但水峰干扰很难除去。

## 7.3 固体

### 7.3.1 压片法

### 7.3.2 糊状法

## 7.4 聚合物制样方法

### 7.4.1 溶液法

### 7.4.2 铸膜法

### 7.4.3 热压法

### 7.4.4 裂解法

### 7.4.5 拼合溶剂技术

# 8 分析步骤

## 8.1 仪器准备及工作条件选择

### 8.1.1 仪器工作条件

按**JJG 001—1996**检查仪器使用条件(温度、湿度、电压等), 按操作规程开机。有自检功能的仪器要进行自检。

### 8.1.2 仪器技术指标检查

按**JJG 001—1996**检查仪器技术指标, 定性分析主要检查基线噪声、分辨率、波数准确度、基线倾斜; 定量分析除上述指标外, 还应检查仪器的重复性, 保证其在正常条件下测量。

### 8.1.3 测量条件选择

FTIR测量方式很多, 根据分析目的(定性、定量)及样品情况选择仪器测试条件(附件和应用软件), 见**6.1.6**、**8.2**。分析过程应能重复, 数据在相同测量条件下结果可再现。

## 8.2 测定

### 8.2.1 定性分析

红外光谱对化合物的定性分析具有鲜明的特征性。化合物分子结构不同, 因而其吸收谱带的数目、频率、形状和强度也不同。即便是同一种物质, 也会由于聚集态(气、液、固态及相结构)的变化谱图特征而产生变化。所以可根据这些谱图特征对未知物进行定性分析。由于化合物的同一官能团在中红外区往往出现多个吸收谱带, 故从谱带的吸收来反证官能团的存在与否是十分可靠的。反之又可以通过官能团的特征吸收来分析这些官能团间的连结方式, 组成化合物的原子、分子间的环境状态, 推断其分子结构和聚集态结构。

未知物鉴定和结构分析可由人工和计算机辅助完成, 前者需要对化合物的特征吸收谱带

比较熟悉,工作经验有助于定性分析的快速完成;后者需要有分析检索程序和大量的光谱数据或谱图库。定性分析的结果最好是查阅到与未知物相匹配的谱图或峰值强度表及有关熔点、沸点、分子量、折射率等参数,并用分析结果进行光谱验证。

由于测量条件的不同采用光谱图检索时,很可能出现检索结果不一致的情况。操作者应分析制样方法的差异和各自可能出现的对谱带的影响因素。在这种情况下最好未知物和标准物质在同样分析条件下进行验证。未知物为多组分或有杂质干扰会给定性分析带来很多麻烦,采用必要的化学或仪器分离手段分别检测可使问题简单化;用计算机差谱技术对已知组分样品谱图进行差减,也是一种有效的非化学分离方法。

### 8.2.1.1 定性分析方法

**8.2.1.1.1 常规测定** 先测量空光路单光束光谱,再测样品光谱,相比后便得到样品的透射(吸收)光谱。

**8.2.1.1.2 特殊测定** 使用各种特殊附件及相应软件进行测量(见6.1.6、7.0及各特殊附件的使用说明书)。

### 8.2.1.1.3 谱图分析

- 1) 官能团推断法
- 2) 谱图检索法

### 8.2.1.2 影响定性分析因素

#### 8.2.1.2.1 测量方法

一般来说,所有红外测量分析方法(包括制样,附件和联机检测方法)都可用于未知物的定性分析。但往往由于在分析中样品的状态(如高温、低温、常压、高压、液态和低压气态等)和选择的制样方法不同,得到的谱图也不完全相同。因此尽量与标准条件(标准谱图或数据库中的测定条件)一致进行测量。

用谱图检索方法进行定性分析时,若样品测量条件和被检索出的物质测量条件不一致时,应用被检索出的物质在和样品相同条件下进行验证。

#### 8.2.1.2.2 样品环境和结构因素

红外吸收谱带的特征(频率和强度)是定性定量分析的依据,而试样的态效应、溶剂效应、氢键、共轭效应、诱导效应、立体效应、振动耦合等内外因素都会产生影响。从谱带确定官能团结构时更应考虑这些因素。

### 8.2.2 定量分析

#### 8.2.2.1 基本原理

朗伯—比尔定律是用红外光谱进行定量分析的理论基础。它表达为

$$A = \epsilon bc \quad (1)$$

$A$ ——样品在特定波数下的吸光度

$\epsilon$ ——摩尔吸收系数,单位:升/厘米·摩尔

$b$ ——样品池厚度,单位:厘米或毫米

$c$ ——样品浓度,单位:摩尔/升

定量计算推荐用吸光度值或谱带吸光度积分强度。对于只能以透过率形式绘出光谱图的仪器,应把透过率转换成吸光度再进行定量计算。转换吸光度的计算公式为

$$A = \log I / \tau \quad (2)$$

$$\tau = \phi_{\text{tr}} / \phi_0 \quad (3)$$

式中  $\tau$  ——透射比

$\phi_{\text{tr}}$  ——透过辐射光通量

$\phi_0$  ——入射辐射光通量

#### 8.2.2.1.1 单组分分析

单组分定量可由朗伯—比尔定律直接计算得到，即

$$c = A / \varepsilon b \quad (4)$$

这儿  $A$  可测量得到， $b$  是池的厚度，吸收系数  $\varepsilon$  可从测量已知浓度的标准样品中由比尔定律计算得到，将已知数据直接代入即得到  $c$ 。

$c$  也可以通过测量几个吸收池厚度相同、浓度不同的标准样品，绘制吸光度  $k$  浓度工作曲线；测量未知样吸光度值，从标准工作曲线中查出对应的浓度值。

### 8.2.2.1.2 多组分分析

多组分体系中每一组分都服从比尔定律的情况下，混合物的吸光度符合吸光度加和原理，对  $n$  个纯组分来说，单波数的吸光度为

$$A = \varepsilon_1 b c_1 + \varepsilon_2 b c_2 + \dots + \varepsilon_n b c_n \quad (5)$$

对  $n$  组分来说，每一组分要选择一个分析波数， $n$  组分需要有  $n$  个波数。在大多数情况下，所选择的吸收谱带受其他组分干扰，吸光度值也含有其他组分的贡献，即

$$\begin{aligned} A_1 &= \varepsilon_{11} b c_1 + \varepsilon_{12} b c_2 + \dots + \varepsilon_{1n} b c_n \\ A_2 &= \varepsilon_{21} b c_1 + \varepsilon_{22} b c_2 + \dots + \varepsilon_{2n} b c_n \\ &\dots\dots\dots \\ &\dots\dots\dots \\ A_i &= \varepsilon_{i1} b c_1 + \varepsilon_{i2} b c_2 + \dots + \varepsilon_{in} b c_n \end{aligned} \quad (6)$$

式中  $A_i$ ——在波数  $i$  处的总吸光度  
 $\varepsilon_{in}$ ——组分  $n$  在  $i$  波数处的吸收系数  
 $C_n$ ——组分  $n$  在混合物中的浓度  
 $b$ ——池厚

在进行定量分析时，标准物数量要大于或等于被分析组分  $n$ ，分析的谱带数目  $i$  也应大于或等于组分  $n$ 。

### 8.2.2.2 定量分析方法

#### 8.2.2.2.1 分析步骤

1) 按 **JJG001—1996** 傅里叶变换红外光谱仪检定规程中的要求检查仪器，选择实验条件和制样方法按 **6.1.6**，7，使之符合定量分析要求。

2) 设置光谱范围，选择样品浓度，使分析谱带在要求的吸光度范围内。

3) 选择定量分析绝对标准。

化学试剂是最理想的标准，如找不到标准试剂时，可以根据样品特征选择模型化合物。

#### 8.2.2.2.2 定量谱带数据的获得

所有定量分析结果都应用吸光度或谱带吸光度面积计算。分析结果的准确度取决于基线的处理。基线选择有吸光度基线法、一点基线法和两点基线法(见图13)，吸光度法等同于不对谱带进行基线校正；一点基线法可以在被分析谱带一边基线受相邻谱带干扰时使用；两点基线法可以看成是样品信号叠加在倾斜基线上的情况。

1) 吸光度法

2) 吸光度积分面积

#### 8.2.2.2.3 计算方法

1) 工作曲线法

工作曲线法适用于组分简单、定量谱带重叠较少及吸光度  $k$  浓度偏离比尔定律的样品。定量分析时首先测量一系列不同浓度的标准样品，由选择的定量谱带吸光度(积分面积)绘制吸光度  $k$  浓度工作曲线。在相同条件下测量样品光谱，由吸光度值从工作曲线中得到样品浓度。采用工作曲线法定量时，应使样品的吸光度值落在工作曲线范围中。

2) 比例法



比例法适用于厚度不能准确测定，难以控制及因散射影响严重样品的定量分析。

如二元组分样品，当它们的吸收谱带都遵守比尔定律时，应有下列关系式：

$$A_1 = \varepsilon_1 b_1 c_1$$

$$A_2 = \varepsilon_2 b_2 c_2$$

因为是同一样品，所以 $b_1 = b_2$ ； $c_1 + c_2 = 1$ ； $\varepsilon_1 / \varepsilon_2 = k$ ；被分析谱带的吸光度比值 $R$ 为

$$R = \frac{\varepsilon_1 c_1}{\varepsilon_2 c_2} = k \frac{c_1}{c_2} \quad (13)$$

组分间的吸收系数比值 $k$ 可以通过测量几个已知浓度配比的混合物得到，故样品的组分浓度便可由式(14)计算出来。 $R$ 值可由测量一系列不同比例样品的纯标样的混合物的吸光度值求出，绘制的 $R$ 值、 $c_1/c_2$ 比值即得到 $k$ 值(曲线斜率)。

$$c_1 = \frac{R}{k+R}$$

$$c_2 = \frac{k}{k+R} \quad (14)$$

影响比例法准确度的主要因素是标准样品浓度配比精确度。

### 3) 内标法

同比例法相似，在压片法、糊状法等制样方法及在某些不易确定样品厚度的情况下，可以加入一定量的物质作内标，以内标物和被分析样品纯物质的比例方法计算出被分析样品的组分含量。

因为内标物和标准物质的量都是一定的，由它们的不同比例便可容易地测出其吸光度比值。根据比尔定律按式(13)计算得到 $k$ 值。在测量样品时，再由 $k$ 值计算样品组分浓度。因为加入了内标，样品的重量也是已知的，组分重量百分浓度为

$$\text{组分重量百分浓度} = \frac{\text{样品组分浓度}}{\text{样品重量}} \times 100$$

选择内标物应考虑如下因素：①吸收光谱简单，和样品混合时有独立的吸收谱带；②物质稳定，不和样品发生化学反应，纯度高；③适合于选择的制样技术。

常用来选做内标物的有硫氰化铅( $2045\text{cm}^{-1}$ )，六溴化苯( $1300\text{cm}^{-1}$ ， $1255\text{cm}^{-1}$ )，碳酸钙(方解石， $872\text{cm}^{-1}$ )等。

### 4) 差谱法

差谱法对于组分间无相互作用，组分谱带相互叠加的样品定量有较高的灵敏度和精确度。当混和物吸收光谱 $A$ 含有 $x$ 、 $y$ 两种组分时，用同一厚度样品池测量一定量的 $Y$ 组分的吸收光谱，并从 $A$ 中减去 $Y$ 的光谱贡献便可得到 $X$ 的吸收光谱，由差减系数 $R^*$ 便可计算出 $x$ 、 $y$ 的组分分数。这种方法可以表示为

$$x = A - R^* y \quad (15)$$

#### 8.2.2.2.3 定量分析注意事项

##### 1) 仪器状态及测量条件

谱图测量应在仪器性能稳定的条件下进行，测量前仪器应预热，检查指标；定量分析中测量条件应保持一致。

##### 2) 样品

根据样品确定制样及定量分析方法。使用液体池方法，液体池至少要用待测溶液冲洗、置换5次以上。

##### 3) 谱带强度

推荐被分析谱带吸光度值在0.1~0.9之间，在这一浓度范围内浓度—吸光度线性关系较好。用计算机进行数据处理可以在较低或较高浓度下进行定量，标准样品亦应在相同浓

度下测量。

#### 4) 基线

有些谱带的最大吸收波数随浓度的变化而变化，基线亦随之改变，选择基线时要考虑这一因素。对于基线倾斜的样品可以通过不同的基线选择方法确定分析的准确性。定量分析使用基线校正时应慎重。

#### 5) 结果的再现性

选择的分析实验方法及定量计算方法是人们常用的方法，计算机定量分析软件及发展的新方法应能使计算结果重复再现，在相同条件下别人也能重复和应用。

#### 6) 测量后检查仪器，确保数据的正确性。

## 9 分析结果表述

### 9.1 测试结果数据处理

实验结束后应对测试结果及时处理，包括以下内容：

①测试日期；②测试者姓名；③试样名称；④选用附件名称；⑤仪器测量条件；⑥试样预处理情况；⑦制样方法；⑧标准或对照物质来源。

### 9.2 定性分析

定性分析实验报告除按9.1外，还应包括取样方法，数据处理方法及分析结果。

### 9.3 定量分析

定量分析实验报告除按9.1外，还包括以下内容：

①取样方法

②被分析样品组分浓度范围

③定量方法或计算方法

④测量次数

⑤分析结果。

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。