

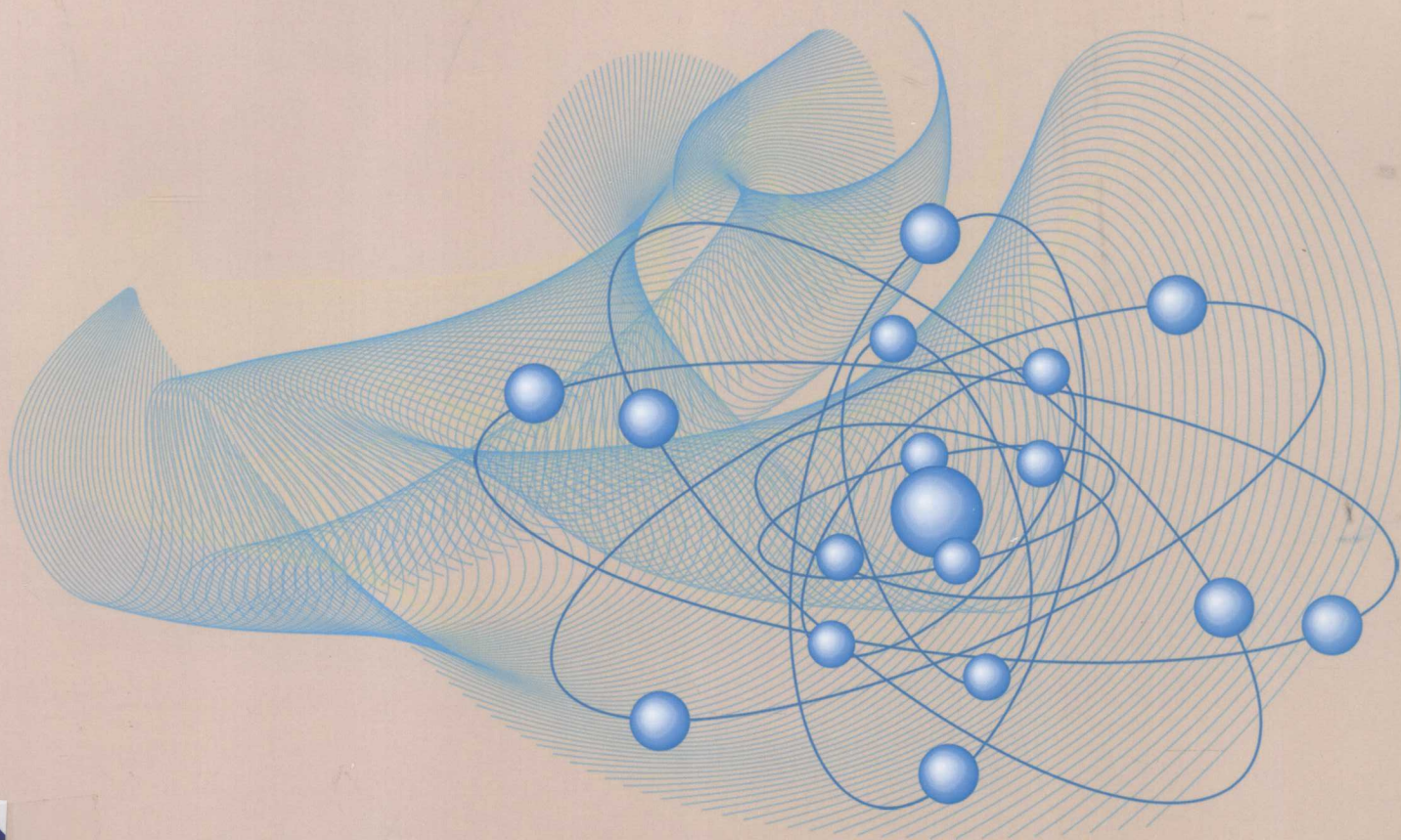
全国分析检测人员能力培训参考资料

分析测试技术系列标准汇编

红外光谱分析技术 标准汇编

中国标准出版社 编

全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定



 中国标准出版社

分析测试技术系列标准汇编

红外光谱分析技术标准汇编

中国标准出版社 编
全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

红外光谱分析技术标准汇编/中国标准出版社编.
—北京:中国标准出版社,2013.10
ISBN 978-7-5066-7349-5

I. ①红… II. ①中… III. ①红外光谱-光谱分析—
技术标准-汇编-中国 IV. ①0434.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 223458 号

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区复外三里河北街 16 号(100045)
网址:www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 29.75 字数 916 千字
2013 年 10 月第一版 2013 年 10 月第一次印刷

*

定价 150.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本汇编收录了截止 2013 年 6 月发布的与红外光谱分析技术相关的标准 52 项,其中国家标准 27 项,行业标准 25 项。其所收录的范围包括了通则与规程、粮油及农副产品、饲料、环境、石油化工、半导体材料及其他等 7 个领域。

本汇编所收集的国家标准和行业标准的属性(推荐性或强制性)已在目录中标明,标准年号用四位数字表示。鉴于部分标准是在标准清理整顿前出版的,目前尚未修订,故正文部分仍保留原样(包括标准正文中“引用标准”或“规范性引用文件”一章中的标准的属性),但其属性以本汇编目录中标明的为准,读者在使用这些标准时请注意查对。

鉴于本汇编收录的标准发布年代不尽相同,汇编时对标准中所使用的计量单位、符号等未作改动。

希望本汇编能更好地服务于红外光谱分析检测人员,以期提高我国分析检测人员的红外光谱分析技术能力,以保证分析测试结果的有效性,为国民经济更快、更好的发展提供更好的服务。

编 者

2013 年 7 月

目 录

一、通则与规程

GB/T 21186—2007 傅立叶变换红外光谱仪	3
GB/T 6040—2002 红外光谱分析方法通则	11
JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计	22
JJG 681—1990 色散型红外分光光度计	40
JY/T 001—1996 傅里叶变换红外光谱方法通则	54

二、粮油及农副产品

GB/T 24870—2010 粮油检验 大豆粗蛋白质、粗脂肪含量的测定 近红外法	75
GB/T 24871—2010 粮油检验 小麦粉粗蛋白质含量测定 近红外法	83
GB/T 24872—2010 粮油检验 小麦粉灰分含量测定 近红外法	91
GB/T 24895—2010 粮油检验 近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通用规则	99
GB/T 24896—2010 粮油检验 稻谷水分含量测定 近红外法	111
GB/T 24897—2010 粮油检验 稻谷粗蛋白质含量测定 近红外法	117
GB/T 24898—2010 粮油检验 小麦水分含量测定 近红外法	123
GB/T 24899—2010 粮油检验 小麦粗蛋白质含量测定 近红外法	129
GB/T 24900—2010 粮油检验 玉米水分含量测定 近红外法	137
GB/T 24901—2010 粮油检验 玉米粗蛋白质含量测定 近红外法	143
GB/T 24902—2010 粮油检验 玉米粗脂肪含量测定 近红外法	149
GB/T 25219—2010 粮油检验 玉米淀粉含量测定 近红外法	155
NY/T 1841—2010 苹果中可溶性固形物、可滴定酸无损伤快速测定 近红外光谱法	161
SN/T 2326—2009 食品及油脂中反式脂肪酸含量的检测 傅立叶变换红外光谱法	169
GB/T 23356—2009 卷烟 烟气相中一氧化碳的测定非散射红外法	175

三、饲 料

GB/T 18868—2002 饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法	185
NY/T 1423—2007 鱼粉和反刍动物精料补充料中肉骨粉快速定性检测 近红外反射光谱法	193

四、环 境

GB/T 16488—1996 水质 石油类和动植物油油的测定 红外光度法	201
HJ/T 44—1999 固定污染源排气中一氧化碳的测定 非色散红外吸收法	209
QX/T 67—2007 本底大气二氧化碳浓度瓶采样测定方法 非色散红外法	213
SJ/Z 9126—1987 空气质量红外分析仪的性能表示	221

五、石 油 化 工

GB/T 23801—2009 中间馏分油中脂肪酸甲酯含量的测定 红外光谱法	235
--	-----

GB/T 7602.3—2008	变压器油、汽轮机油中 T501 抗氧化剂含量测定法 第 3 部分:红外光谱法	241
GB/T 7603—2012	矿物绝缘油中芳碳含量测定法	247
GB/T 7764—2001	橡胶鉴定 红外光谱法	252
GB/T 8570.6—2010	液体无水氨的测定方法 第 6 部分:油含量 重量法和红外吸收光谱法	295
DL/T 919—2005	六氟化硫气体中矿物油含量测定法(红外光谱分析法)	301
DL/T 929—2005	矿物绝缘油、润滑油结构族组成的红外光谱测定法	307
SH/T 0792—2007	电器绝缘油中 2,6-二叔丁基对甲酚和 2,6-二叔丁基苯酚含量测定法(红外吸收光谱法)	312
SH/T 0797—2007	点燃式发动机燃料中苯含量的测定 中红外光谱法	321
SH/T 1727—2004	丁二烯橡胶微观结构的测定 红外光谱法	331
SH/T 1762—2008/ISO 14558:2000	橡胶 氢化丁腈橡胶(HNBR)剩余不饱和度的测定 红外光谱法	338
SY 5121—1986	岩石有机质及原油红外光谱分析方法	344

六、半导体材料

GB/T 1557—2006	硅晶体中间隙氧含量的红外吸收测量方法	351
GB/T 19199—2003	半绝缘砷化镓单晶中碳浓度的红外吸收测试方法	358
GB/T 24581—2009	低温傅立叶变换红外光谱法测量硅单晶中Ⅲ、Ⅴ族杂质含量的测试方法	365
SJ 20744—1999	半导体材料杂质含量红外吸收光谱分析通用导则	374
SJ 3249.3—1989	半绝缘砷化镓中铬浓度的红外吸收测试方法	378
SJ/T 10625—1995	锗单晶体中间隙氧含量的红外吸收测定方法	380

七、其他

GB/T 19267.1—2008	刑事技术微量物证的理化检验 第 1 部分:红外吸收光谱法	387
GB/T 24369.1—2009	金纳米棒表征 第 1 部分:紫外/可见/近红外吸收光谱方法	398
FZ/T 01057.8—2012	纺织纤维鉴别试验方法 第 8 部分:红外光谱法	411
HB 5416—1988	航空非金属材料红外光谱检验方法	430
HB 5489—1991	航空非金属材料红外光谱质量控制	434
QB/T 2812—2006	纸张定量、水分的在线测定(近红外法)	437
SN/T 2003.2—2006	电子电气产品中多溴联苯和多溴二苯醚的测定 第 2 部分:红外光谱定性筛选法	445
SN/T 2592.2—2010	电子电气产品中有机锡化合物的测定 第 2 部分:傅立叶变换红外光谱筛选法	459



一、 通 则 与 规 程





中华人民共和国国家标准

GB/T 21186—2007

傅立叶变换红外光谱仪

Fourier transform infrared spectrometer

2007-09-12 发布

2008-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会分析仪器分技术委员会(SAC/TC 124/SC 6)归口。

本标准起草单位:北京瑞利分析仪器公司、天津大学、北京大学、北京华夏科创仪器技术有限公司、北京市计量检测科学研究院、中国石化石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:王百华、高学军、范世福、翁诗甫、张新民、臧甲鹏、徐广通。

本标准为首次发布。

傅立叶变换红外光谱仪

1 范围

本标准规定了傅立叶变换红外光谱仪的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存、质量保证等。

本标准适用于测量波段在中红外区的傅立叶变换红外光谱仪(以下简称“仪器”)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB/T 15464—1995 仪器仪表包装通用技术条件

JB/T 9329—1999 仪器仪表运输、运输贮存基本环境条件及试验方法

3 要求

3.1 仪器正常工作条件

- a) 温度 15℃~30℃,相对湿度应小于 70%;
- b) 仪器应放在平稳的工作台上,附近应无强电磁场干扰源,电源接地良好;
- c) 仪器工作环境应清洁,无腐蚀性气体;
- d) 供电电源:电压 220 V±22 V,频率 50 Hz±1 Hz。

3.2 本底光谱能量分布

4 000 cm⁻¹处能量值应不小于最高点能量值的 20%。

3.3 100%τ 线倾斜范围

仪器多波段 100%τ 线的倾斜范围见表 1。

表 1 100%τ 线倾斜范围

波数范围/cm ⁻¹	100%τ 线倾斜范围/%τ
800~500	98.0~102.0
2 200~1 900	99.5~100.5
3 200~2 800	99.5~100.5
4 400~4 000	98.5~101.5

3.4 100%τ 线噪声

仪器 100%τ 线噪声见表 2。

表 2 100%τ 线噪声

波数范围/cm ⁻¹	均方根值 RMS
4 100~4 000	≤1 : 2 500
2 200~2 100(或 2 100~2 000)	≤1 : 8 000
1 000~900	≤1 : 2 500

3.5 透过率重复性

仪器透过率重复性应不大于 $0.5\% \tau$ 。

3.6 分辨率

仪器最高分辨率应在 4 cm^{-1} 、 2 cm^{-1} 、 1 cm^{-1} 、 0.5 cm^{-1} 、 0.25 cm^{-1} 、 0.125 cm^{-1} 中选择。

3.7 波数准确度

仪器波数准确度对优于 0.5 cm^{-1} (含 0.5 cm^{-1}) 分辨率的仪器应小于设定分辨率的 $1/2$ ；对低于 0.5 cm^{-1} 分辨率的仪器应不超过 $\pm 1\text{ cm}^{-1}$ 。

3.8 波数重复性

仪器波数重复性对优于 0.5 cm^{-1} (含 0.5 cm^{-1}) 分辨率的仪器应小于设定分辨率的 $1/2$ ；对低于 0.5 cm^{-1} 分辨率的仪器应不超过 $\pm 1\text{ cm}^{-1}$ 。

3.9 安全要求

3.9.1 绝缘电阻

在正常工作条件下,仪器的绝缘电阻应不小于 $20\text{ M}\Omega$ 。

3.9.2 绝缘强度

在正常工作条件下,仪器应能承受 $1\,500\text{ V}$ 交流有效值连续 1 min 的电压试验,不应出现飞弧和击穿现象。

3.9.3 泄漏电流

在正常工作条件下,仪器的泄漏电流应不大于 5 mA 。

3.10 仪器外观

- a) 仪器所有电镀表面不应有脱皮现象；
- b) 喷漆或喷塑表面应色泽均匀,不应有明显的擦伤、露底、裂纹、起泡现象；
- c) 外露零部件结合处应整齐,无粗糙不平现象；
- d) 面板上的文字、符号、标志应端正清晰。

3.11 仪器成套性

按具体仪器标准规定。

3.12 运输、运输贮存

仪器在运输包装状态下,应按 JB/T 9329—1999 表 1 中序号 1~5 的项目内容进行试验。其中高温 55°C ,低温 -40°C ；交变湿热:相对湿度 95% ,温度 40°C ；倾斜跌落高度 250 mm 。全部试验完成后,解除运输包装状态,将仪器置于正常工作条件下进行检验,仪器应符合 3.2~3.11 要求。

4 试验方法

4.1 试验条件

- a) 本标准试验方法均应在 3.1 所规定条件下进行。
- b) 仪器试验用设备:
 - 1) 0.05 mm 厚聚苯乙烯标准膜；
 - 2) 内部充有一氧化碳(大于 99.9% 分析纯)气体的 100 mm 气体池；
 - 3) 500 V 直流绝缘电阻表；
 - 4) 耐电压测试仪；
 - 5) 泄漏电流测量仪。
- c) 仪器在试验前应预热 30 min 。

4.2 本底光谱能量分布

设定分辨率为 4 cm^{-1} ,扫描速度置于最佳位置,扫描次数为 32。采集空气本底光谱,分别测量本底光谱中能量最高点波数处本底光谱的能量 τ_{max} 和 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ 处的能量 $\tau_{4\,000}$ 。计算 $\tau_{4\,000}/\tau_{\text{max}}$ 。

4.3 100% τ 线倾斜范围

同 4.2 设定。采集空气本底光谱和空气样品光谱,测 100% τ 线。分别测量 800 cm^{-1} ~500 cm^{-1} , 2 200 cm^{-1} ~1 900 cm^{-1} , 3 200 cm^{-1} ~2 800 cm^{-1} 和 4 400 cm^{-1} ~4 000 cm^{-1} 各波数段的透过率。

4.4 100% τ 线噪声

同 4.2 设定。采集空气本底光谱和空气样品光谱,得到 100% τ 线,计算 1 000 cm^{-1} ~900 cm^{-1} , 2 200 cm^{-1} ~2 100 cm^{-1} (或 2 100 cm^{-1} ~2 000 cm^{-1}), 4 100 cm^{-1} ~4 000 cm^{-1} 各波数段的透过率的均方根(RMS)值。

4.5 透过率重复性

同 4.2 设定。采集空气本底光谱,放入 0.05 mm 聚苯乙烯薄膜标样,采集样品光谱,得到该样品透过率光谱,连续重复测量 6 次,分别测出 906 cm^{-1} , 1 942 cm^{-1} 两谱带的透过率,取其透过率的最大值 $\tau_{\max}$ 及最小值 $\tau_{\min}$,其重复性为 $\tau_{\max} - \tau_{\min}$ 。

4.6 分辨率

4.6.1 设定仪器最高分辨率,扫描速度置于最佳位置,扫描次数为 32,截趾函数为 BOXCOR,仪器光阑为最小档。对优于 0.5 cm^{-1} (含 0.5 cm^{-1}) 分辨率的仪器采用充有一氧化碳气体池测定,采集本底光谱;放入充有一氧化碳气体的气体池(一氧化碳气体检定分辨率时的气体压强见表 3),采集样品透过率光谱,采用峰的半高宽定义,测一氧化碳气体 2 193.36 cm^{-1} 谱线的半高宽。

表 3 一氧化碳气体压强的适用范围

分辨率/ cm^{-1}	压强/kPa
0.5	4.0
0.125	1.2

4.6.2 同 4.6.1 设定。对低于 0.5 cm^{-1} 分辨率的仪器采用空气中水峰测定,采集本底光谱,获得本底光谱能量图,采用峰的半高宽定义,计算所选择 1 900 cm^{-1} ~1 700 cm^{-1} 范围内对称水峰谱线的半高宽。

4.7 波数准确度

4.7.1 对优于 0.5 cm^{-1} (含 0.5 cm^{-1}) 分辨率的仪器,设定仪器最高分辨率,扫描速度置于最佳位置,扫描次数为 32,截趾函数为 BOXCOR,仪器光阑为最小档,采集本底光谱;然后放入充有一氧化碳气体的气体池,采集样品透过率光谱,一氧化碳气体特征峰位为 2 193.36 cm^{-1} 。测量 3 次,计算每次与特征峰位之差并取最大值。

4.7.2 对低于 0.5 cm^{-1} 分辨率的仪器,设定仪器分辨率 4 cm^{-1} ,扫描速度置于最佳位置,扫描次数为 32,采集本底光谱;然后放入 0.05 mm 厚的聚苯乙烯薄膜标样,采集样品透过率光谱,测量聚苯乙烯薄膜的 3 个特征峰位(峰位见表 4)的实测值。测量 3 次,计算每次与特征峰位之差并取最大值。

表 4 聚苯乙烯薄膜峰位

序号	吸收峰峰位/ cm^{-1}
1	3 081.87
2	1 601.15
3	906.62

4.8 波数重复性

4.8.1 对优于 0.5 cm^{-1} (含 0.5 cm^{-1}) 分辨率的仪器,设定仪器最高分辨率,扫描速度置于最佳位置,扫描次数为 32,截趾函数为 BOXCOR,仪器光阑为最小档,采集本底光谱;放入充有一氧化碳气体的气

体池(压强见表 3),采集样品透过率光谱,测一氧化碳气体 $2\,193.36\text{cm}^{-1}$ 的准确度,连续重复测量 6 次,取最大值与最小值之差。

4.8.2 对低于 0.5cm^{-1} 分辨率的仪器,设定仪器分辨率为 4cm^{-1} ,扫描速度置于最佳位置,扫描次数为 32,采集本底光谱;放入 0.05 mm 厚的聚苯乙烯薄膜标样,采集样品透过率光谱,连续重复测量 6 次,测量聚苯乙烯薄膜的 3 个峰位的实测值,每个峰位的最大值与最小值之差,取最大值。

4.9 安全试验

4.9.1 绝缘电阻

仪器的电源插头不接入电网,电源开关置于接通位置,用绝缘电阻表在电源插头的相、中联线与地线之间,施加 500 V 直流试验电压,稳定 5 s 后,测量绝缘电阻。

4.9.2 绝缘强度

仪器的电源插头不接入电网,电源开关置于接通位置,将耐电压测试仪的输出电流置于 5 mA 档,在电源插头的相、中联线与地线之间施加试验电压,试验电压应在 5 s~10 s 内从零开始逐渐上升到 1 500 V,并保持 1 min,然后在 5 s~10 s 内平稳下降到零。

4.9.3 泄漏电流

将仪器置于绝缘的工作台上,其电源插头与泄漏电流测量仪输出端相联,泄漏电流测量仪接入电网并通电,仪器电源开关置于接通位置,将电压调至 242 V,测量 1 次,记录电流值。变换电源极性,重复测量 1 次,记录电流值,取两次中的最大值。

4.10 仪器外观

用目视和手感检查。

4.11 仪器成套性

目测检查。

4.12 运输、运输贮存

按 JB/T 9329—1999 中的 4.1~4.5 的方法进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

仪器的检验分为出厂检验和型式检验。

5.2 出厂检验

5.2.1 每台仪器应经检验合格,并附有仪器合格证方能出厂。

5.2.2 出厂的每台仪器均应按本标准 3.2~3.11 的要求进行检验。

5.3 型式检验

5.3.1 仪器在下列情况之一时,应按 3.2~3.12 要求进行型式检验。

- a) 新仪器和老仪器转厂生产试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响仪器性能时;
- c) 正常生产时,定期或累计一定产量后,应周期进行一次检验;
- d) 仪器长期停产后,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

5.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的仪器中随机抽取。

5.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行,采用一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)按表 5 规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表5 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样本量 n	判别数组 (Ac,Re)
1	A	绝缘电阻	3.9.1	4.9.1	30	I	3	(0,1)
2		绝缘强度	3.9.2	4.9.2				
3		泄漏电流	3.9.3	4.9.3				
4	B	光谱本底能量分布	3.2	4.2	65		3	(1,2)
5		100% τ 线倾斜范围	3.3	4.3				
6		100% τ 噪声	3.4	4.4				
7		透过率重复性	3.5	4.5				
8		分辨率	3.6	4.6				
9		波数准确度	3.7	4.7				
10		波数重复性	3.8	4.8				
11		运输、运输贮存	3.12	4.12				
12	C	仪器外观	3.10	4.10	100		(2,3)	
13		仪器成套性	3.11	4.11				

5.3.4 若型式检验不合格,应分析原因,找出问题并落实措施,重新进行型式检验。若再次型式检验不合格,则应停产整顿,仪器停止出厂,待问题解决,型式检验合格后方可恢复出厂检验。

5.3.5 若型式检验合格,经出厂检验合格的批,作为合格品可以出厂或入库。若入库超过12个月再出厂,则应重新进行出厂检验。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

6.1.1 仪器标志

- 制造厂名称;
- 仪器型号;
- 仪器名称;
- 商标;
- 制造日期出厂编号;
- 制造计量器具许可证标志和编号。

6.1.2 包装标志

- 制造厂名称及地址;
- 仪器型号;
- 仪器名称;
- 商标;
- 制造计量器具许可证标志和编号;
- 仪器质量,单位为 kg;体积为长 $\times$ 宽 $\times$ 高,单位为 mm $\times$ mm $\times$ mm;
- 包装贮运图示标志:“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191—2000 规定;
- 发货、收货单位名称及地址。

6.2 包装

6.2.1 仪器包装应符合 GB/T 15464—1995 中防潮、防震包装规定。

6.2.2 仪器随机文件

- a) 装箱单;
- b) 使用说明书;
- c) 质量合格证。

6.3 运输

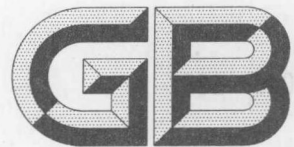
仪器在包装完整的情况下,可用一般的交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志要求进行运输作业,应防止雨淋、翻倒、曝晒及剧烈冲击。

6.4 贮存

仪器在包装状态下,应贮存在环境温度 0℃~40℃,相对湿度不应大于 85%,且空气中不应含有腐蚀性气体的室内。

7 质量保证

在用户遵守保管和使用规则的条件下,仪器自发货之日起 12 个月内,因制造质量不良而不能正常工作时,制造厂应无偿为用户修理或更换零部件(不包括易损易耗件的调换)。



中华人民共和国国家标准

GB/T 6040—2002

红外光谱分析方法通则

General rules for infrared analysis

2002-09-24 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布