



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Промышленность нефтяная и газовая

**СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ДЛЯ ОПИСАНИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ
ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРОВ
СРЕДНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА:
ИСПЫТАНИЯ УРОВНЯ НОЛЬ И УРОВНЯ ОДИН**

СТ РК АСТМ Е 1421-2011

ASTM E 1421 – 99 Standard practice for describing and measuring performance of fourier transform mid-infrared (ft-mir) spectrometers: level zero and level one tests, (IDT)

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на ASTM E 1421 – 99 «Standard practice for describing and measuring performance of fourier transform mid-infrared (ft-mir) spectrometers: level zero and level one tests», авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ 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 на базе ТОО «САПА ИНТЕРСИСТЕМ»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 20 ноября 2011г. № 636-од.

3 Настоящий стандарт идентичен Американскому национальному стандарту-ASTM E 1421 – 99 Standard practice for describing and measuring performance of fourier transform mid-infrared (ft-mir) spectrometers: level zero and level one tests (Стандартный метод для описания и измерения эксплуатационных параметров фурье-спектрометров средней инфракрасной области спектра: испытания уровня ноль и уровня один), авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ Интернешнел.

Официальной версией является текст на государственном и русском языке.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр Американского национального стандарта - ASTM E 1421 – 99, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеется в Государственном фонде технических регламентов и стандартов.

Степень соответствия идентичная (IDT).

4 В настоящем стандарте отражены требования и нормы Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 09.11.2004 года № 603-ІІ, Закона Республики Казахстан «О промышленной безопасности на опасных производственных объектах» от 03.04.2002 года № 314.

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2017 год
5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в 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

Промышленность нефтяная и газовая**СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ДЛЯ ОПИСАНИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ
ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРОВ
СРЕДНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА:
ИСПЫТАНИЯ УРОВНЯ НОЛЬ И УРОВНЯ ОДИН¹**

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

1.1 В настоящем методе изложены два уровня испытаний для определения эксплуатационных параметров лабораторных Фурье-спектрометров средней инфракрасной области спектра (FT-MIR), оснащенных стандартным держателем образца, используемых для измерений передачи.

1.2 Настоящий метод не применяется непосредственно к спектрометрам инфракрасной спектроскопии с Фурье-преобразованием (FT-IR), оснащенных различными специализированными вспомогательными устройствами для отбора проб, такими как проточные кюветы или оптические системы отражения ни к спектрометрам ближней инфракрасной области спектра с Фурье-преобразованием (FT-NIR), ни к спектрометрам FT-IR, проходящих опробацию в режиме шагового сканирования.

1.2.1 Если специализированные вспомогательные устройства для отбора проб могут быть устранены или заменены стандартным держателем образца пропускания, тогда может быть использован настоящий метод. Однако пользователь должен помнить, что определяемые эксплуатационные параметры могут не отображать то, что достигается при использовании специализированного вспомогательного оборудования.

1.2.2 Если работа без специализированных вспомогательных устройств для отбора проб невозможна, тогда возможно применение видоизмененной версии настоящего метода для определения эксплуатационных параметров спектрометра. Пользователю следует сослаться на Руководство Е 1866 по поводу рассмотрения того, каким образом настоящие испытания могут быть изменены.

1.2.3 Испытания на определение спектрометрических эксплуатационных параметров для спектрометров FT-NIR изложены в Методе ASTM Е 1944.

1.2.4 Испытания на определение эксплуатационных параметров для дисперсионных измерительных приборов MIR изложены в ASTM Методе Е 932.

¹ Настоящий метод находится под ведомством Комитета ASTM Е13 по молекулярной спектроскопии и теории разделения и находится под прямой ответственностью Подкомитета Е13.03 по инфракрасной спектроскопии и спектроскопии в ближней инфракрасной области.

Текущее издание утверждено 1 марта 2009 года. Опубликовано в марте 2009 года. Впервые утверждено в 1991 году. Последнее издание утверждено в 2004 году как Е 1421-99 (2004). DOI: 10.1520/E1421-99R09.

СТ РК АСТМ Е 1421-2011

1.2.5 Для проведения испытаний на спектрометрах FT-IR в режиме шагового сканирования, следует использовать изменения по настоящему методу и информацию, предоставленную организацией-поставщиком прибора.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяется последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты ASTM¹

ASTM E 131-10* Standard Terminology Relating to Molecular Spectroscopy (Стандартная терминология молекулярной спектроскопии).

ASTM E 932-89(2007)* Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Dispersive Infrared Spectrometers. (Метод для описания и определения эксплуатационных характеристик дисперсионных инфракрасных спектрометров).

ASTM E 1866-97(2007)* Standard Guide for Establishing Spectrophotometer Performance Tests (Руководство по испытаниям для определения эксплуатационных параметров спектрометров).

ASTM E 1944-98(2007)* Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Laboratory Fourier Transform Near Infrared (FT NIR) Spectrometers: Level Zero and Level One Tests. (Метод для описания и определения эксплуатационных параметров лабораторных Фурье-спектрометров для ближней инфракрасной области (FT-NIR): испытания уровня ноль и уровня один).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения: Для определений терминов, используемых в настоящем методе, ссылаться на Терминологию E 131. Все определения спектральных областей и месторасположений полос поглощений даны в волновых числах (см^{-1}), а спектральная энергия, пропускающая способность и поглощательная способность обозначены в уравнениях буквами E, T и A соответственно. Отношение двух величин пропускания (пропускающей способности) и поглощения (поглощательной способности), а также отношение уровней энергии при двух различных волновых числах обозначены буквой R. Подстрочный индекс обозначает спектральное положение на волновых числах (например, A_{3082} , поглощение при 3082 см^{-1}).

3.1.1 **Испытание уровня один (1) (level one (1) test)**: Простая серия измерений, разработанная для обеспечения количественных данных по различным аспектам эксплуатационных параметров (характеристик) приборов и информации, на которой нужно основывать установление проблем (затруднений).

¹ По поводу информации о ссылочных стандартах ASTM, посетить сайт ASTM www.astm.org или связаться со службой ASTM по обслуживанию потребителей по электронному адресу service@astm.org. Чтобы получить подробную информацию из ежегодной Книги стандартов ASTM ссылаться на страницу Краткого изложения стандарта на сайте ASTM.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

3.1.2 **Испытание уровня ноль (0)** (level zero (0) test): Стандартная (текущая) проверка эксплуатационных характеристик прибора, которая может быть осуществлена за несколько минут, разработанная для визуального обнаружения значительных изменений эксплуатационных характеристик прибора и предоставления базы данных для определения функции прибора по времени.

4 Значение настоящего стандарта и его использование

4.1 Настоящий метод позволяет химику-лаборанту (специалисту по анализу) сравнивать общие эксплуатационные характеристики прибора в любой день с предшествующими эксплуатационными характеристиками прибора. Настоящий метод не обязательно предназначен для сравнения различных приборов друг с другом, даже если приборы одинакового типа и модели. Настоящий метод не предназначен для сравнения эксплуатационных характеристик прибора, работающего в различных условиях.

5 Условия испытаний

5.1 Рабочие условия: Должен вестись протокол для документирования рабочих условий, подобранных так, чтобы они могли быть продублированы. При получении спектрометрических данных, химик-лаборант должен подобрать надлежащие рабочие условия прибора, такие как, время разогрева, скорость продувки (промывания) и регулировка светоделителя для того, чтобы добиться удовлетворительного функционирования прибора. Рабочие условия для отдельных приборов лучше всего получить из литературы изготовителя в связи с изменениями конструкции прибора. Следует отметить, что многие приборы FT-IR спроектированы для наилучшей работы, когда их оставляют в режиме ожидания. Следует отметить, что спектрометры предназначены для испытаний только в пределах своих рабочих диапазонов волновых чисел.

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Настоящий метод разработан для использования в ситуациях, когда детектор не насыщен. В некоторых приборах, с сочетанием оптической системы и детекторов, электронная часть детектора насыщена пустым лучом. Такие приборы сконструированы для ослабления (аттенуации) инфракрасного луча в спектрометре или в отделении для образца с целью устранения насыщения детектора. Следует обратиться к имеющемуся руководству к прибору или обсудить соответствующие техники аттенуации с поставщиком прибора.

5.2 Внешние условия, в которых функционирует прибор, влияют на его эксплуатационные характеристики. Спектрометры должны функционировать только в условиях эксплуатации, соответствующих рекомендациям изготовителя. Изменения внешних условий прибора, включая изменения температуры, вибрацию или уровни звука, электрическую энергию или магнитные поля следует регистрировать.

5.3 Характеристики прибора могут повлиять на проведение настоящих измерений несколькими способами.

5.3.1 Виньетирование луча снижает значение пропускания, измеряемое в зонах непоглощения и, для многих измерений, может изменить шкалу видимого волнового числа на незначительное количество, обычно меньше $0,1 \text{ см}^{-1}$. Следует убедиться, что пленкодержатель не виньетирует луч.

5.3.2 Изменения фокуса также могут изменить значения пропускания, следовательно, образец должен каждый раз располагаться приблизительно в одном и том же месте в отделении для образца.

СТ РК АСТМ Е 1421-2011

5.3.3 Угол приема (обозначенный числом f) оптической системы между образцом и детектором значительно влияет на кажущееся пропускание. Изменения оптического пути, включая введение образцов, может изменить угол приема.

5.3.4 Нагревание образца лучом или высокой температурой, которая существует внутри большинства спектрометров, несколько изменяет поглощение, и даже немного изменяет отношение и месторасположение полос. Образцу дают прийти в термическое равновесие перед проведением измерения.

5.4 Рекомендуемый образец полистирола с матовой поверхностью, используемый для настоящих испытаний, представляет собой пленку приблизительно 38 мкм (1,5 мил.) толщиной, которая крепится к перфорационной карте. Образец устанавливается в 2,5 см (1 дюйм.) круглую апертуру, центрированную в пределах 5 см (2,5 дюймов) по ширине карты и центрированную от низа карты на 3,8 см (1,5 дюйма). Перфорационная карта должна быть толщиной примерно 0,25 см (0,1 дюймов) и определена в индивидуальном порядке и однозначно. Пленку из полистирола, соответствующую настоящим требованиям, можно приобрести в Национальном институте стандартов и технологий в виде SRM 1921.¹

ПРИМЕЧАНИЕ 2: Очень малые диаметры лучей могут аннулировать подавление интерференционных полос, при условии наличия матовой поверхности у образца.

6 Испытания уровня ноль

6.1 Характер испытаний: Текущая проверка эксплуатационных характеристик измерительных приборов.

Настоящие испытания могут быть проведены за несколько минут. Они разработаны для обнаружения неисправностей или других изменений в работе прибора, но не специально для диагностического контроля или количественной оценки любой неисправности. Рекомендуется, чтобы испытания уровня ноль проводились при наибольшем (наименьшем численном значении) разрешении, при котором прибор обычно используется при нормальном режиме эксплуатации. Должно использоваться номинальное время измерения 30 с. Точное время измерения наряду с датой, временем, идентификацией образца, количеством сканирований, точным набором данных и параметрами вычисления, а также именем оператора, всегда следует регистрировать.

6.2 Основные принципы: Основные принципы испытаний заключаются в использовании предварительно сохраненных результатов испытаний в виде основы для сравнения и экрана визуального отображения или программы графического вывода для совмещения результатов текущего испытания с известными оптимальными результатами. Если старые и новые результаты согласовываются, их просто протоколируют, как не имеющие изменений.

Уровень ноль состоит из трех испытаний. Испытания проводят при таких же условиях, которые обычно соблюдаются для проведения серии испытаний с образцом (т.е. время продувки (очистки), время разогрева, детектор и т.д.).

6.3 Изменения техники эксплуатации различных измерительных приборов: Для большинства существующих приборов FT-IR следует проводить испытания, представленные в настоящем методе без видоизменений. Тем не менее, некоторые

¹ SRM 1921 можно приобрести из Программы стандартно-ссылочных материалов, Национальный институт стандартов и технологии (NIST), 100 Bureau Dr., Stop 1070, Gaithersburg, MD 20899-1070, <http://www.nist.gov>.

приборы могут не соответствовать тому, чтобы на них проводились испытания в точности как здесь написано. В этих случаях должна иметься возможность получения одинаковых конечных данных с помощью незначительно отличающейся методики. По поводу использования соответствующих альтернативных методик следует принять во внимание Метод Е 1866, а также проконсультироваться с изготовителем FT-IR.

6.4 Образец: Описание рекомендуемого образца изложено в 5.3. Он представляет собой полистирольную пленку (пленку из полистирола) с матовой поверхностью (приблизительно 38 мкм толщиной, в 2,5-см апертуре). Такой же образец следует использовать для всех сравнений (отмечают порядковый номер).

6.5 Стандартные спектры: Два спектра, обнаруженные и сохраненные после последнего капитального ремонта прибора используются в качестве эталонов. Капитальный ремонт может включать изменения в источнике, лазере, детекторе или оптической регулировке. Эти спектры могут обозначаться как Эталон 1 и Эталон 2.

6.5.1 Эталонный спектр 1 является однолучевым энергетическим спектром пустого луча. (В настоящем и во всех последующих применениях, пустой луч означает, что на пути образца нет ничего кроме воздуха или продувочного газа, обычно присутствующего в отсеке (отделении) спектрометра для образца). Если возможно, то следует также сохранить интерферограмму, соответствующую эталонному спектру 1.

6.5.2 Эталонный спектр 2 является спектром пропускания образца полистирола. Дополнительно, также может храниться спектр поглощения.

ПРИМЕЧАНИЕ 3: Если программное обеспечение прибора не позволяет вычесть спектры пропускания, эталонный спектр 2 следует сохранить в качестве спектра поглощения.

6.6 Воспроизводимость методик: следует соблюдать осторожность, чтобы каждое спектральное измерение проводилось последовательным и воспроизводимым образом, включая ориентирование образца (хотя при проведении различных спектральных измерений нет необходимости в использовании аналогичной методики). В частности, для некоторых приборов, имеющих более одного луча или пути (траектории) образца в отсеке для главного образца, все спектры испытаний следует измерять при использовании одного и того же пути.

6.7 Измерения: Собирают (обнаруживают) и хранят три испытательных спектра. Испытательные спектры будут обозначаться далее (по тексту) Спектр 1, Спектр 2 и Спектр 3.

6.7.1 Спектр 1: Собирают и хранят однолучевой энергетический спектр любого пустого луча. Если представляется возможным, следует также хранить интерферограмму Спектра 1. Если Спектр 1 хранится только как интерферограмма, его следует преобразовать, перед тем как использовать в проверочных испытаниях.

6.7.2 Спектр 2: Собирают и хранят спектр пустого луча, отобранного сразу же после Спектра 1. Этот спектр следует хранить как спектр пропускания в установлении соотношения к Спектру 1.

6.7.3 Спектр 3: Собирают и хранят спектр образца полистирола сразу же после Спектра 2. Этот спектр должен храниться в качестве спектра пропускания, вычисленный при использовании либо Спектра 1 или Спектра 2 в качестве фона. Дополнительно, Спектр 3 может также храниться как спектр поглощения. Для воспроизводимости, вводят образец, порядковый номер (или другая обозначающая информация) которого должен быть обращен лицевой стороной вверх к детектору прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ 4: Если программное обеспечение прибора не позволяет вычесть спектры пропускания, Спектр 2 следует сохранить как спектр поглощения.

7 Испытательные процедуры уровня один

7.1 Испытание энергетического спектра: Сравнение Спектра наложения 1 и Эталона 1.

Отмечают любое изменение в энергетическом уровне по спектру. Устанавливают отношение Спектра наложения 1 к Эталону 1 для получения спектра пропускания и ищут значительные изменения от 100 %, особенно при большом волновом числе.

Разрешение устройства отображения может ограничить точность, до которой настоящий метод может интерпретироваться, если сравнение проводится на экране. Кроме того, если интерферограмма была сохранена для Спектра 1, она может быть показана или построена на графике, а высота центрального разрыва записана и сравнена с допустимым диапазоном прибора. В интерпретации настоящего метода следует соблюдать осторожность, т.к. незначительные изменения высоты интерферограммы при больших волновых числах влияют только на рабочие характеристики и не обязательно оказывают влияние на фотометрические характеристики.

ПРИМЕЧАНИЕ 5: Если высота центрального разрыва превышает динамический диапазон аналого-цифрового преобразователя, профиль энергии искажается и наблюдается значительное количество нефизической энергии. Если центральный разрыв небольшой относительно динамического диапазона, то отношение сигнала к шуму при измерении может быть меньше оптимального.

7.1.1 Протоколирование: Протоколируют (1) построением графика наложений Спектра 1 и Эталона 1, (2) построением спектра пропускания Спектра 1 в отношении к Эталону 1 в пределах в диапазоне от 95 до 105 % Т и протоколируют следующие отношения энергии:

$$\begin{aligned} R_{4000/2000} &= E_{4000}/E_{2000} \\ R_{2000/1000} &= E_{2000}/E_{1000} \end{aligned} \quad (1)$$

Если это возможно, по Спектру 1 протоколируют отношение между кажущейся энергией в области волнового числа ниже предельной величины прибора и энергией в области максимальной энергии спектра, например:

$$R_{\text{нефизическая}} = E_{150}/E_{\text{max}} \quad (2)$$

Протоколируют дату и время обоих используемых спектров, а также фактическое количество сканирований и количество измерений.

7.1.2 Интерпретация: Общее падение уровня энергии, в котором наибольший процент изменений происходит при более высоких волновых числах, обычно обозначает смещение (разрегулировку) интерферометра или понижение температуры источника. Пример влияния смещения показан на Рисунке 1.

7.1.2.1 Если прибор подвергался повышенной влажности, настоящее падение уровня энергии может отобразить помутнение светодетектора или окна.

7.1.2.2 Общее падение энергетического уровня вне зависимости от волнового числа предполагает наличие преграды для луча или смещение оптических компонентов интерферометра.

7.1.2.3 Появление полос или других особенностей указывает на увеличение продувочного газа, наличие преграды (блокировки) для луча в виде частично пропускающего объекта, осаждение масла или дыма на зеркалах или окнах или на забытый образец в луче.

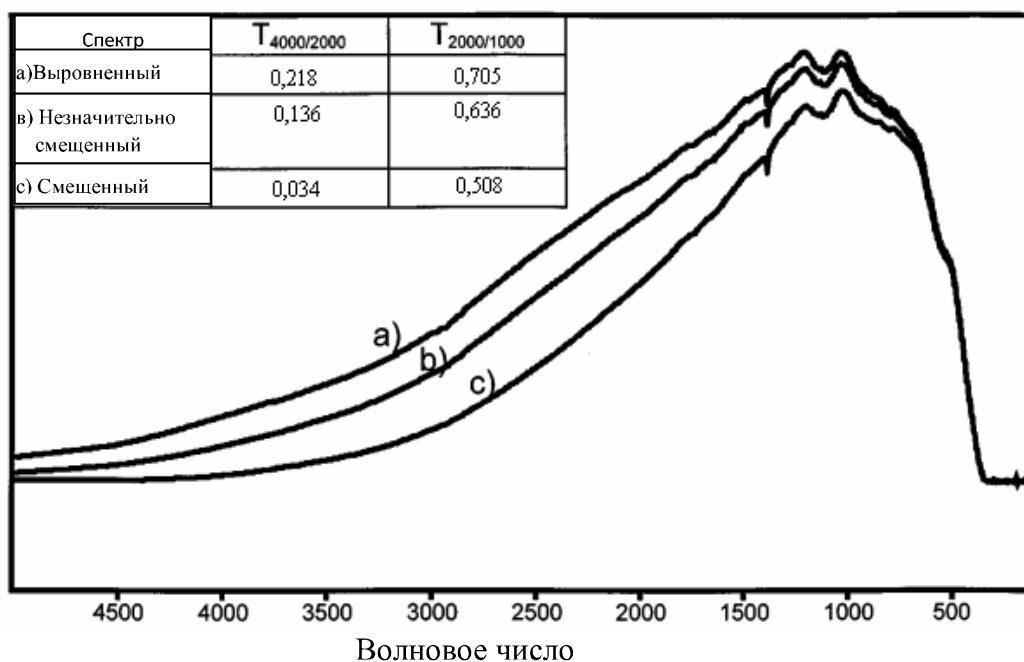


Рисунок 1 – Влияние смещения на однолучевые энергетические спектры

7.1.2.4 При охлажденных детекторах, появление полосы около 3440 см^{-1} указывает на отложение льда на поверхности детектора.

7.1.2.5 Ненулевые уровни энергии ниже предельной величины детектора (более 0,2 % от максимального уровня энергии в однолучевом спектре) показывают на нелинейные характеристики системы или насыщение детектора. Примеры систем с минимальным и высоким уровнями нефизической энергии показаны на Рисунке 2.

7.1.2.6 На многих приборах, несоответствующее норме увеличение фактического времени измерения установленного числа сканирований, указывает на наличие затруднений, связанных с прибором (неправильное включение, смещение при дневном свете, чрезмерная скорость продувки или затруднения относительно привода интерферометра).

7.2 Стопроцентное (сплошное) эксплуатационное испытание: При использовании Спектра пропускания 2, отмечают уровень шума и любые отклонения от 100 % пропускания через спектр.

7.2.1 Протоколирование: Строят график Спектра 2, 100 % линию пропускания. Диапазон ординаты должен составлять 99 – 101 % Т. Если отклонение шума или нулевой линии превышает эти пределы, строят график от 90 до 110 % Т и рассматривают проведенные испытания уровня один. Протоколируют среднее квадратичное (RMS) (предпочтительно) или уровни шума от пика к пику в диапазоне 100 см^{-1} , имеющие среднее значение, равное 4000, 2000, 1000 и 500 см^{-1} . Если в диапазоны волнового числа прибора не входят некоторые из них, то вычитают ближайшее измеряемое волновое число.

7.2.2 Интерпретация: Чрезмерный шум может происходить в результате смещения или неисправной работы источника (ссылаться на испытание энергетического спектра) или в результате неисправной работы детектора или электронного оборудования. Повторяющиеся распределения шумов (например, выбросы или синусоиды) иногда указывают на цифровые (дискретные) проблемы. Изолированные шумовые выбросы могут представлять собой цифровые неисправности или же могут указывать на электромагнитные помехи. Положительные или отрицательные полосы часто указывают

на быстрое изменение качества продувки. Одновременно, положительные и отрицательные резкие (острые) полосы в водяной области могут указывать на наличие затруднений, связанных с прибором или наличие избыточного водяного пара в спектрометре. Отклонения от 100 % уровня (обычно при более высоких волновых числах) указывают на неустойчивость интерферометра, детектора или источника.¹

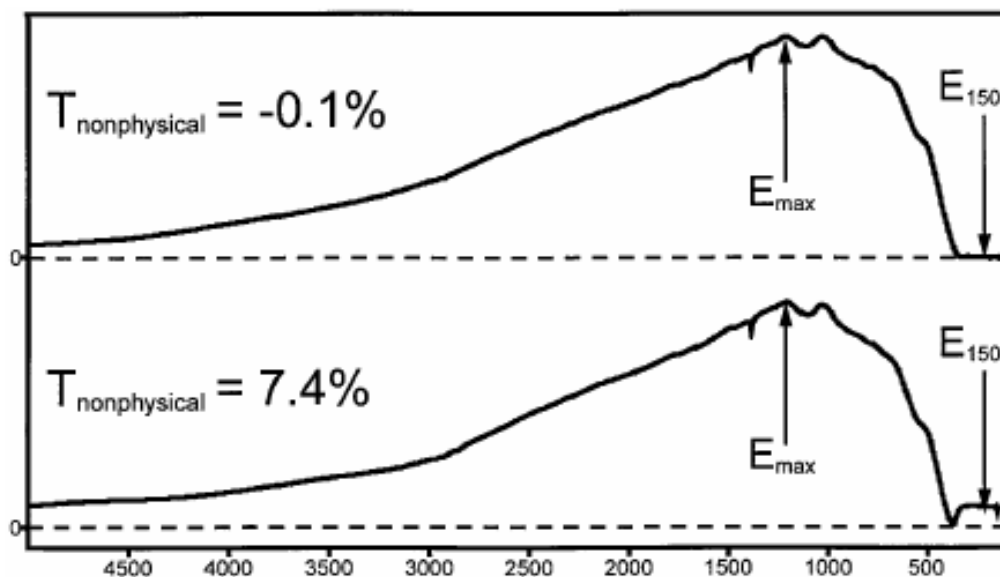


Рисунок 2 – Системы с минимальным и высоким уровнем энергии

7.3 Испытание на вычитание полистирола: Совмещают Спектр 3 и Эталон 2 и отмечают любые изменения. Если программное обеспечение прибора позволит, вычитают хранящийся спектр пропускания полистирола (Эталонный спектр 2) из данного нового спектра пропускания полистирола (Спектр 3). Дополнительно или, если программное обеспечение прибора не позволяет вычесть спектры пропускания, вычитают хранящийся спектр поглощения полистирола (Эталонный спектр 2) из нового спектра поглощения полистирола (Спектр 3). Отмечают любые изменения. Вычитание спектров пропускания друг из друга не уместно для большинства химических применений, но здесь оно относится к эксплуатационным характеристикам прибора и предупреждает возможные затруднения по поводу выхода за пределы диапазона, связанные с нулевым или отрицательным пропусканием.

7.3.1 Протоколирование: Совмещают спектры полистирола. Строят график результатов вычитания в диапазоне от -1 до +1 % T, если вычитание проводилось на спектрах пропускания или в диапазоне от -0,01 до 0,01 A, если вычитание проводилось на спектрах поглощения.

7.3.2 Интерпретация:

7.3.2.1 Вычитание спектров пропускания проводится для настоящего испытания, т.к. пики сильного поглощения (>1 A) по всей вероятности будут аннулированы, как показано на Рисунке 3.

¹ Хиршфельд, Т., Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье: Применение в химических системах, том 2, Ферраро Дж.Р. и Базиле Л.Дж., eds., Academic Press, Нью-Йорк, стр. 193-239.

7.3.2.2 Если вычитание проводится при использовании спектров поглощения, полосы с поглощением более 1 типично не будут полностью аннулировать как показано на Рисунке 4.

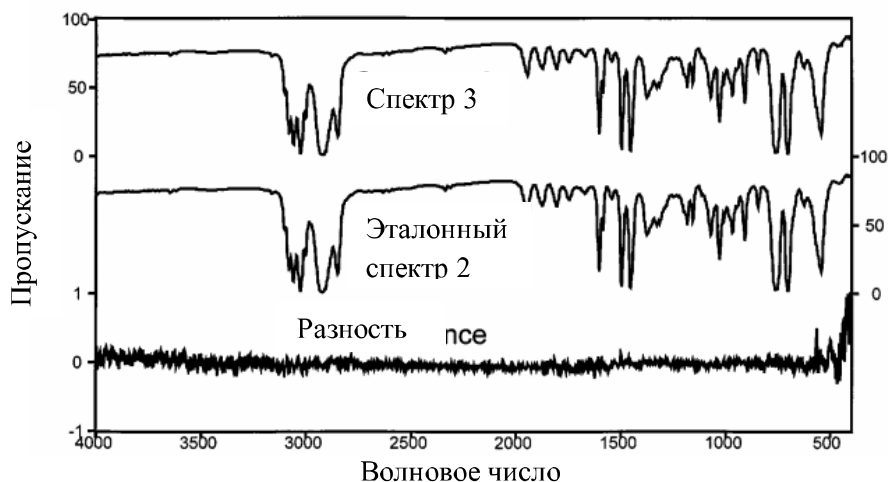


Рисунок 3 – Пример вычитания спектра пропускания

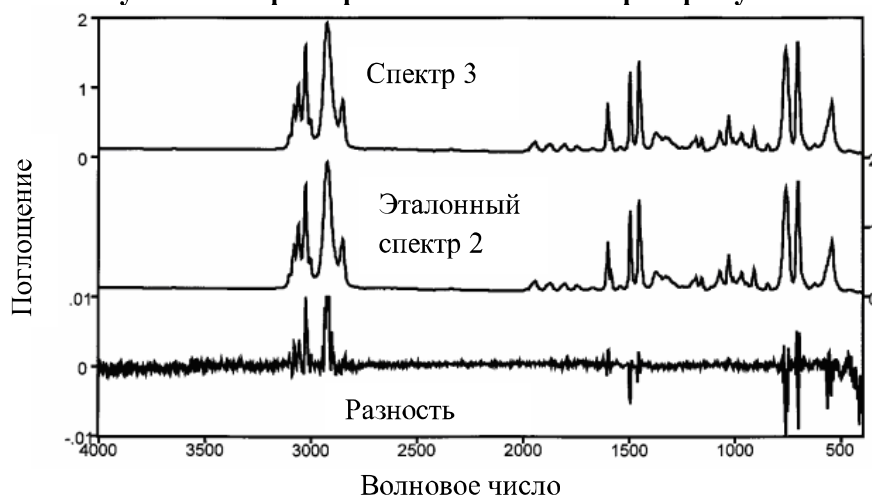


Рисунок 4 – Пример вычитания спектра поглощения

7.3.2.3 Если вычитания проводятся на спектрах пропускания, изменения в спектральной нулевой линии могут привести к спектральным элементам, как показано на Рисунке 5. Изменение нулевой линии более легко определяется при вычитании спектров поглощения.

ПРИМЕЧАНИЕ 6: Некоторые пленки из полистирола могут постепенно с течением времени окисляться, являясь причиной широкого гидроксильного поглощения между 3600 и 3200 см^{-1} , карбонильного поглощения при 1720 см^{-1} и поглощений С-О в диапазоне от 1050 до 1000 см^{-1} как показано на Рисунке 6. Такие изменения являются показателем разложения пленки и не отображаются на эксплуатационных характеристиках прибора. Если такое поглощение превышает поглощение $0,01$, то рекомендуется заменить пленку.

7.3.2.4 Резкие элементы в областях поглощения водяного пара (две не отвечающие нормам группы линий около 3600 см^{-1} и около 1600 см^{-1}) указывают на уровни избыточного водяного пара в спектрометре или затруднения, связанные с приборами, если только все такие элементы не направлены в одном направлении. Все элементы полосы, направленные в одном направлении, указывают на изменение уровня продувки.

Аналогичную интерпретацию можно получить из искажений в зонах поглощения диоксида углерода (диполь около 2360 см^{-1} и резкий выброс около 667 см^{-1}).

7.3.2.5 К затруднениям, связанными с приборами можно отнести виньетирование (JacQuinot), разбюстировку оптической системы источника или лазера или затруднения, связанные со интерферометрическим сканированием. В спектре вычитания, формы полос, подобные первой производной, которые соответствуют положениям полосы поглощения, указывают на данные затруднения, связанные с приборами. Искажения, появляющиеся только в положениях самых сильных полос (полностью поглощающихся), могут указывать на фазирование или другие затруднения, связанные с нелинейностью детектора. Искажения, в положениях как средней, так и сильной полосы, указывают на аналогичные затруднения, связанные с электроникой, аналого-цифровым преобразователем (ADC) или компьютером или флуктуацией временного положения импульсов при дискретизации (искажение Zachor-Aaronsen).

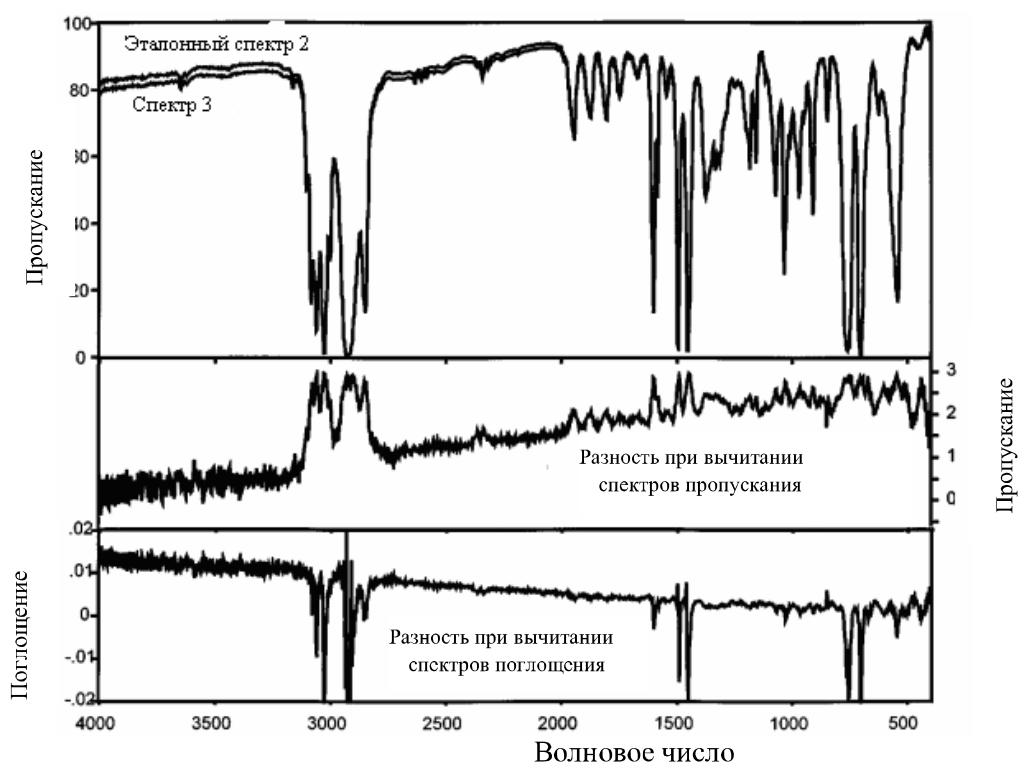


Рисунок 5 – Влияние изменений нулевой линии на результаты вычитания

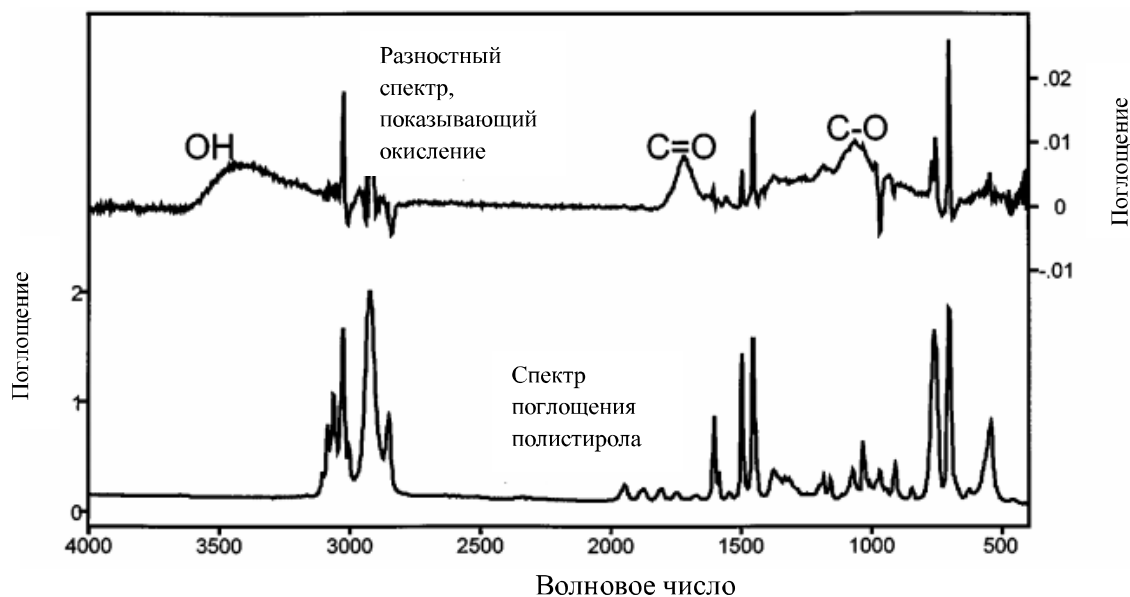


Рисунок 6 – Пример влияния окисления пленки из полистирола

7.4 Испытания на пик, разрешающую способность и фотометрию полистирола: Интерпретация разностного спектра, полученного в 7.3, может, в некоторых случаях, быть до некоторой степени субъективной. Для некоторых применений предпочтительно иметь цифровые определения эксплуатационных характеристик прибора. В этих случаях, некоторые или все испытания уровня один на положение пика, разрешающую способность и фотометрию полистирола, рассмотренные в 9.5 и 9.6, могут проводиться в дополнение к испытанию на вычитание полистирола или вместо него. Результаты настоящих испытаний следует графически нанести на схемы испытаний на определение рабочих характеристик. Для более полного рассмотрения по поводу схем испытаний на определение рабочих характеристик смотреть Метод Е 1866. Если проводятся настоящие дополнительные испытания, рекомендуется, чтобы вычисление было автоматизированным.

7.5 Испытание на остаточные продукты (радикалы) полистирола: По желанию, может быть проведено дополнительное количественное сравнение текущего спектра полистирола (Спектр 3) и эталонного спектра полистирола (Эталонный спектр 2). В ASTM Методе Е 1866 изложено испытание уровня А, которое может использоваться для этой цели. В настоящее испытание входит Спектр выравнивания 3 в качестве линейного сочетания Эталонного спектра 2 и различных векторов, которые воспроизводят изменения нулевой линии. Корень из квадрата среднего остаточного продукта от выравнивания рассчитывается и заносится на схему как показатель эксплуатационных характеристик прибора. В качестве альтернативы, выравнивание может быть проведено при использовании PCR или PLS. Детали по проведению настоящего испытания смотреть в ASTM Методе Е 1866.

7.5.1 Рекомендуется, чтобы пики с поглощением, превышающим 1,0 исключались из вычисления остаточного продукта.

7.5.2 Испытание на остаточные продукты очень чувствительно к окислению пленки из полистирола. Если наблюдается изменение величины остаточных продуктов, испытание на вычитание полистирола следует проводить для определения происходит ли изменение из-за прибора или пленки.

8 Испытания уровня один

8.1 Характер испытаний: Серия испытаний, в которой используется только стандартный полистирол с матовой поверхностью, разработана для проведения более полного испытания прибора. Основной целью испытаний уровня один является проведение сравнения эксплуатационных характеристик с предыдущими результатами, полученными на том же самом приборе. Испытания также могут применяться для сравнения двух приборов одинакового типа модели и, с большой осторожностью, для приблизительного сравнения различных моделей.

8.2 Основные принципы: Испытания уровня один аналогичны испытаниям уровня ноль, но являются более обширными. Протоколирование испытаний уровня один разработано для облегчения выявления неисправностей вместо только определения неисправной работы. Содержание точного определения (выявления неисправностей) результатов таково, что интерпретация находится вне области применения настоящего метода.

8.3 Образец: Для измерений используется такой же полистирольный образец с матовой поверхностью, как описанный в 6.3. В хорошо-продутых или вакуумных спектрометрах, для некоторых испытаний может потребоваться введение водяного пара или образца диоксида углерода (разбавленного азотом или воздухом до атмосферного давления).

8.4 Измерения: На уровне один, для каждого испытания требуются свои отдельные измерения. Для сравнений, которые включают один прибор или модель прибора, подбирают любые удобные параметры измерений, предпочтительно те, которые отображают рабочие (эксплуатационные) параметры, используемые для измерений аналитических образцов. Для сравнений параметры всегда должны быть одинаковыми. Для большинства приборов, используют файл сохраненных параметров исходных измерений как способ получения непротиворечивости параметров. При проведении межприборных сравнений, следует строго придерживаться некоторых факторов, перед тем как произвести любое допустимое сравнение. Эти факторы относятся к функции кривой прибора (ILS), которая представляет собой детализированный способ выражения разрешающей способности. Положение пиков и фотометрические данные должны протоколироваться при наибольшем возможном расширении. Они удобны для межприборного сравнения только до такой степени, чтобы один из сравниваемых приборов выдавал в основном неискаженные спектры (т.е. Coblentz Класс I).

9 Методики испытаний уровня один

9.1 Испытание энергетического спектра: Для энергетического спектра получают однолучевой спектр. Траектория луча в отделении для образца должна быть пустой. Могут быть запроотоколированы некоторые особые показатели.

9.1.1 Отношение энергии: Вычисляют отношение энергии при 4000 см^{-1} к энергии при 2000 см^{-1} . В каждом случае область шириной 100 см^{-1} , центрированная вокруг положения волнового числа используется для получения среднего значения энергии:

$$R_{4000/2000} = E_{4000}/E_{2000} \quad (3)$$

9.1.2 Спектральный диапазон: Протоколируют точки волнового числа в тех случаях, когда спектральная энергия уменьшается до одной десятой уровня энергии, обнаруженного при энергетическом максимуме для диапазона.

9.1.3 Уровень водяного пара. Протоколируют поглощение полос водяного пара, установленное ниже. Если номинальное разрешение прибора составляет 4 см^{-1} или менее (8 см^{-1}), или если цифровое разрешение более неточно, чем 2 см^{-1} , подтверждают, что спектр показывает чистые полосы при обозначенных положениях волнового числа.

$$A_{H_2O}(3744) = -\log_{10} [2(E_{p1}) / (E_{b1} + E_{b2})] \quad (4)$$

$$A_{H_2O}(1616) = -\log_{10} [2(E_{p2}) / (E_{b3} + E_{b4})] \quad (5)$$

где, E_{p1} и E_{p2} - значения однолучевой энергии, соответствующие пикам в спектре водяного пара, которые номинально находятся при 3744 и 1616 см^{-1} . E_{b1} , E_{b2} , E_{b3} и E_{b4} являются значениями однолучевой энергии точек нулевой линии на боковых поверхностях пиков и должны измеряться при 3747 , 3741 , 1620 и 1612 см^{-1} соответственно. Предполагаемые точки измерений показаны на Рисунке 7.

9.1.4 Уровень диоксида углерода (CO_2): Протоколируют поглощение полосы CO_2 , установленное ниже и на Рисунке 7. E_{p3} является однолучевой энергией в положении пика, номинально 2362 см^{-1} . E_{b5} и E_{b6} являются точками нулевой линии на боках огибающей (кривой) CO_2 и номинально находятся на 2422 и 2302 см^{-1} соответственно:

$$A_{CO_2} = -\log_{10} [2(E_{p3}) / (E_{b5} + E_{b6})] \quad (6)$$

9.1.5 Уровень алифатического углеводорода: Протоколируют поглощение интенсивности полосы цепи С-Н, установленное ниже и на Рисунке 7. E_{p4} является однолучевой энергией в местоположении пика углеводорода, номинально 2927 см^{-1} . E_{b7} и E_{b8} являются точками нулевой линии на боках (боковых поверхностях) огибающей CO_2 и номинально находятся на 2984 и 2794 см^{-1} соответственно:

$$A_{HC} = -\log_{10} [(E_{p4}) / (0,7E_{b7} + 0,3E_{b8})] \quad (7)$$

9.1.6 Нефизическая энергия: Протоколируют отношение уровня энергии, полученного ниже предельной величины детектора/спектрометра к энергии, полученной при энергетическом максимуме для диапазона, например:

$$R_{\text{нефизическая}} = E_{150} / E \quad (8)$$

9.1.7 Особенности: Протоколируют любые другие особенности однолучевого спектра. Нормирование к старому эталонному однолучевому спектру и поиск полос является чувствительным способом обнаружения таких особенностей.

9.2 Испытание стопроцентной (сплошной) линии: Получают два последовательных однолучевых спектра и рассчитывают их пропускание. Могут быть запроотоколировано несколько особых показателей.

9.2.1 Уровень шума при 500 , 1000 , 2000 и 4000 см^{-1} : Для вычисления уровня шума в процентах единиц Т, должна использоваться спектральная часть шириной 100 см^{-1} , сосредоточенная вокруг каждого положения. Протоколируют значения от пика к пику или среднеквадратичный уровень шума (RMS). Предпочтителен RMS.

9.2.2 Рассчитывают положение стопроцентной линии при каждом волновом числе из 9.2.1. Может использоваться среднее значение пропускания, определенное как часть вычисления RMS из 9.2.1 в тех же самых диапазонах 100 см^{-1} .

9.2.3 Искажения: Протоколируют любые синусоиды или выбросы в 100% линейчатом спектре.

9.3 Испытание на стабильность: Получают последовательные однолучевые спектры с интервалами в течение периода времени. Применяют период времени, который является представительным для обычных требований стабильности (например, обычный период времени между фоновыми спектрами). Устанавливают отношение всех спектров к первому спектру для получения ряда спектров пропускания n-1 и определения положения 100 % линии при 500, 1000, 2000 и 4000 см^{-1} как изложено в 9.2.2.

9.3.1 Изменение RMS в среднем пропускании является показателем стабильности системы. Большие изменения при наибольших волновых числах предполагают колебание температуры источника или переменное смещение интерферометра. Изменения пропускания менее обычны для всех областей и предполагают затруднения, связанные с детектором или электроникой либо оптическими (не связанными с интерферометром) несовпадениями.

9.3.2 Направленность и общее изменение в среднем пропускании указывают на нестабильность, зависящую от времени, обычно связанную с изменениями температуры. Одновременное измерение температуры покажет связь, часто со значительной задержкой времени, между изменением температуры, влиянием этого изменения на спектрометр и общим изменением за этот период.

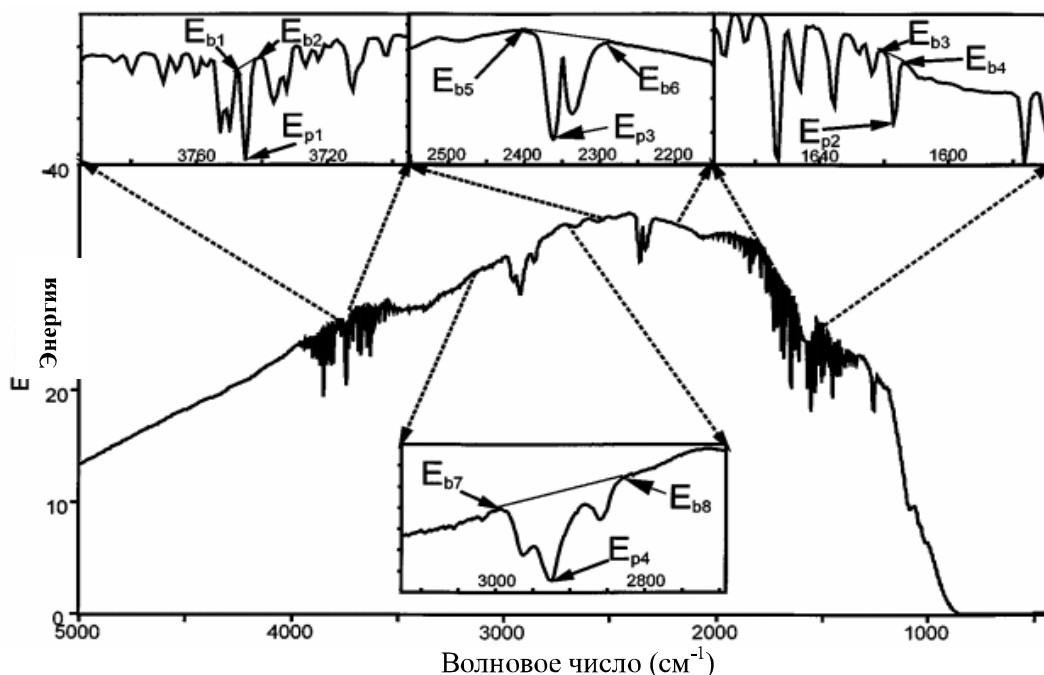


Рисунок 7 – Пример испытаний водяного пара, диоксида углерода и водорода

9.3.3 Изменения продувки могут наблюдаться в спектрах пропускания и количественно оцениваться путем расчета прочности полосы при использовании таких же полос, которые использовались в 9.1.3 и 9.1.4, как показано в формулах ниже:

$$\Delta T_{H_2O}(3744) = T_{p1} - [(T_{b1} + T_{b2}) / 2] \quad (9)$$

$$\Delta T_{H_2O}(1616) = T_{p2} - [(T_{b3} + T_{b4})/2] \quad (10)$$

$$\Delta T_{CO_2}(2362) = T_{p3} - [(T_{b5} + T_{b6})/2] \quad (11)$$

9.3.4 Другие искажения можно четко увидеть в спектрах пропускания. Лед на (охлажденных) поверхностях детектора (широкая полоса около 3440 см^{-1}), конденсированная вода (очень широкая, $2400 - 3600 \text{ см}^{-1}$) и углеводородные загрязнители (структура, между 2937 и 2850 см^{-1}) являются примерами.

9.4 Испытание на усреднение сигнала: Получают пару подспектров, каждый имеющий одинаковое количество сканирований. Это проделывают для следующих количеств сканирований: 1, 4, 16, 64, 256, 1024, 4096, 16384 и т.д. до измерения максимального времени, представляющего интерес. Устанавливают отношение каждой пары и рассчитывают уровень шума при 500, 1000, 2000 и 4000 см^{-1} как изложено в 9.2.1. Уровень шума должен быть уменьшен на коэффициент два для каждого последовательного спектра с установленным отношением; например, если одно сканирование дало уровень шума 1, 4 сканирования, вероятно, дадут $1/2$, 16, вероятно, дадут $1/4$, 64, вероятно, дадут $1/8$ и так далее, до тех пор, пока больше не получится усреднять сигнал. Процентный уровень шума для каждого последующего спектра с установленным отношением должен быть уменьшен на коэффициент 2 или менее; например, 1, $1/2$, $1/4$, $1/8$, $1/16$, $1/32$, $1/64$, $1/128$ и т.д.

9.4.1 Неспособность усреднения сигнала: Протоколируют число сканирований и время измерений для каждой пары, используемой в отдельном спектре с установленным отношением, который имеет уровень шума, по меньшей мере, в два раза больше, чем спрогнозировано парой с одним сканированием. Все спектрометры имеют предел по практической способности усреднять сигнал, часто устанавливаемой интерференционной полосой остаточного продукта при помощи оптических компонентов или определяемых аподизацией оснований поглощения полосы пропускания.

9.4.2 Затруднения, связанные с изменением масштаба и цифровые ошибки обнаруживаются путем фиксирования любых радикальных (обычно коэффициент 2) изменений энергии в однолучевых спектрах или внезапного появления выбросов или синусоидов в спектрах с установленным отношением. Такие затруднения встречаются редко.

9.5 Испытание на полистирол: Получают однолучевой спектр пустого луча, а затем спектр стандартного полистирола с матовой поверхностью. Устанавливают отношение спектра полистирола к спектру пустого луча для получения спектра пропускания полистирола и преобразуют это в спектр поглощения.

9.5.1 Положение пиков для следующих полос должно протоколироваться (смотреть Рисунок 8). Они являются полосами, рекомендуемыми Международным союзом чистой и прикладной химии (ИЮПАК), и действительное положение пиков будет несколько отличаться для любого отдельного образца полистирола и на это может повлиять метод интерполяции. Протоколируют фактическое положение пиков и алгоритм нахождения центра пика. Предпочтительный алгоритм центра тяжести для определения положения пиков изложен в Приложении А1. Положение пиков предпочтительно измеряется на спектре пропускания. Точечный интервал цифровых данных должен быть установлен:

3082 см^{-1}	2852 см^{-1}	1028 см^{-1}
3060 см^{-1}	1945 см^{-1}	907 см^{-1}
3028 см^{-1}	1601 см^{-1}	540 см^{-1}

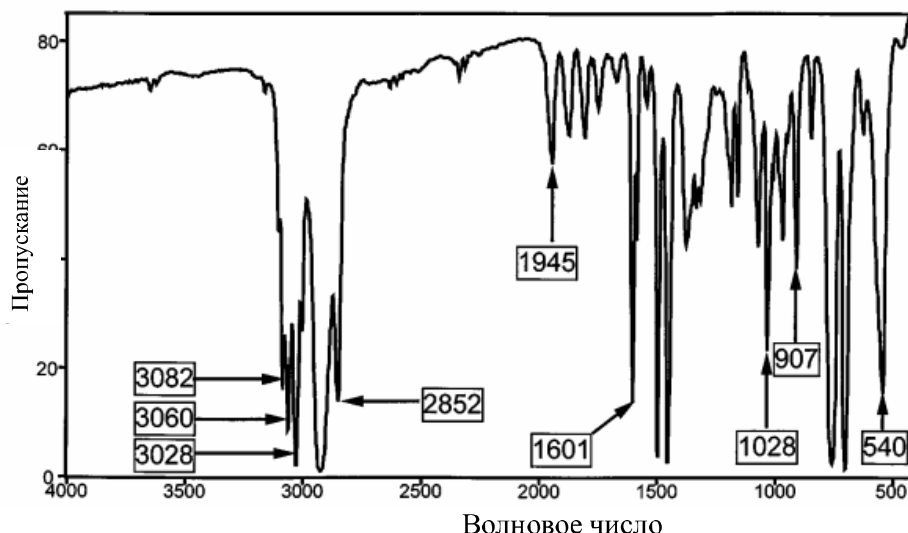
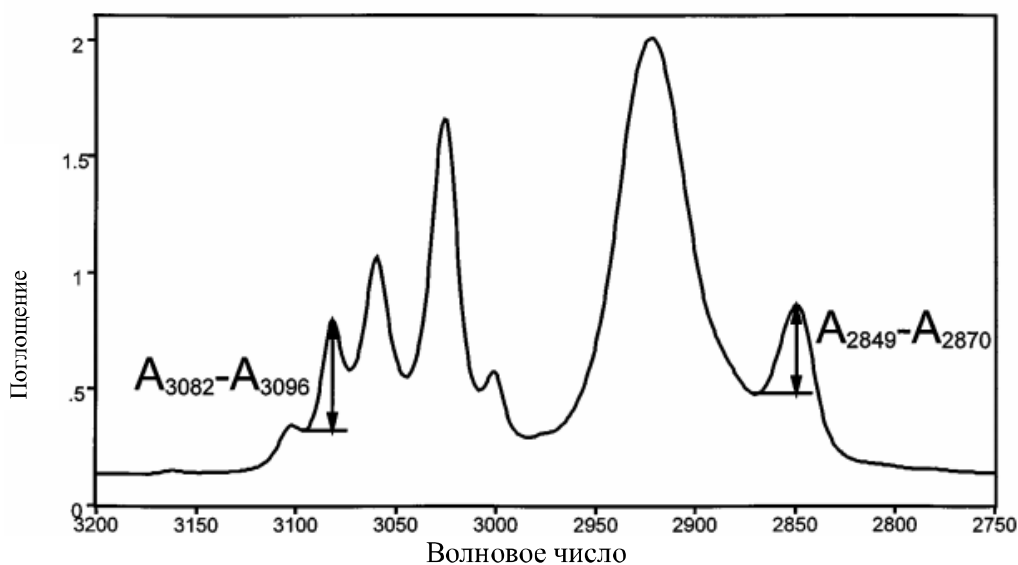


Рисунок 8 – Пики полистирола

9.5.1.1 Интерпретация: Изменение положения пиков вследствие эксплуатации может указывать на смещение оптических элементов. Например, изменение взаимного выравнивания опорного лазера и инфракрасного (IR) луча вызовет такое изменение положения.

9.5.2 Разрешение: Непрямой метод измерения разрешения заключается в измерении отношений пиков пары узких/широких полос с одинаковым поглощением. Спектральная поглощательная способность компонента измеряется как абсолютное значение спектральной поглощательной способности при установленном максимуме пика (смотреть Рисунок 9 относительно примера R_3):

$$\begin{aligned}
 R_1 &= A_{3082}/A_{2849} \\
 R_2 &= A_{1583}/A_{1154} \\
 R_3 &= (A_{3082} - A_{3096})/(A_{2849} - A_{2870}) \\
 R_4 &= (A_{1601} - A_{1564})/(A_{1583} - A_{1564}) \\
 R_5 &= (A_{1028} - A_{994})/(A_{1002} - A_{994})
 \end{aligned}
 \tag{12}$$

Рисунок 9 – Пример испытания на разрешение – R_3

9.5.2.1 Интерпретация: Изменение разрешения может указывать на смещение интерферометра.

9.5.3 Среднеуровневая фотометрия вполне чувствительна к разрешению. При постоянном разрешении можно рассчитать следующие отношения, как изложено в 9.5.2:

$$\begin{aligned} R_1 &= (A_{3082} - A_{2984}) / (A_{3001} - A_{2984}) \\ R_2 &= (A_{3060} - A_{2984}) / (A_{3001} - A_{2984}) \\ R_3 &= (A_{2923} - A_{2870}) / (A_{2849} - A_{2870}) \\ R_4 &= (A_{1601} - A_{1564}) / (A_{1583} - A_{1564}) \\ R_5 &= (A_{1028} - A_{994}) / (A_{1002} - A_{994}) \end{aligned} \quad (13)$$

9.5.4 Над фотометрией сильно поглощающих полос иногда преобладают нелинейности детектора или другого аналога, особенно с фотоновыми детекторами, такими как HgCdTe. Эта нелинейность выдает псевдо-рассеянное световое излучение (чаще всего отрицательное псевдо-рассеянное световое излучение) и может быть легко увидана в виде изменений наблюдаемой пропускной способности сильно поглощающих полос. Она также появляется как нефизическая энергия ниже предельной величины низкого волнового числа спектрометра (смотреть 9.1.6). Для настоящего испытания рекомендуется использовать нормально скорректированный по фазе спектр (метод Мерца или Форемана), где группа коррекции по фазе имеет меньшее разрешение (например, 100 – 200 см⁻¹), чем измеряемые полосы или является группой с хранящейся фазой из спектра пустого луча. Если для прибора применяется расчет величины, испытание все же может проводиться, но псевдо рассеянное световое излучение будет исправлено на положительные значения. Протоколируют пропускание при минимуме пропускания (или преобразованном минимуме) для каждого последующего положения полос. Сильно поглощающие зоны вокруг каждого центра пика могут быть усреднены для улучшения точности настоящего измерения:

$$\begin{array}{ccc} 3028 \text{ см}^{-1} & 1493 \text{ см}^{-1} & 756 \text{ см}^{-1} \\ 2922 \text{ см}^{-1} & 1453 \text{ см}^{-1} & 697 \text{ см}^{-1} \end{array}$$

9.5.4.1 Интерпретация: Для некоторых систем, изменение фотометрии сильно поглощающих полос, может являться показателем потери фиксации на точке разности нулевой фазы (ZPD). Если интерферограмма находится вне центра окна, используемого для расчета фазовой коррекции, произойдет искажение фазы, которое наиболее заметно при высоком поглощении. Повторное установление фиксации может исправить затруднение.

9.6 Испытание на фотометрическую вибрацию: Настоящее испытание совершенно одинаково с испытанием на полистирол из 9.5 и для него используется такой же образец и полосы. Получают однолучевой спектр пустого луча, за которым следует серия (например, 30) спектров с одним сканированием стандартного полистирола с матовой поверхностью. Устанавливают отношение каждого спектра полистирола к спектру пустого луча для получения серии спектров пропускания полистирола.

9.6.1 Вибрация в местоположении пика: Определяют RMS вибрацию в местоположениях волновых чисел центра пика каждой из полос, указанных в 9.5.1, используя методику нахождения центра пика. Вибрация в местоположении пика обычно пренебрежимо мала, т.е., над ней обычно преобладают фотометрическая вибрация и спектральный шум.

СТ РК АСТМ Е 1421-2011

9.6.2 Вибрация разрешения обычно обнаруживается вместе со среднечастотной фотометрической вибрацией. Рассчитываются спектры поглощения и протоколируется изменение RMS для каждого из четырех отношений, изложенных в 9.5.2.

9.6.3 Среднечастотная фотометрическая вибрация часто является результатом неточности при отборе проб (например, искажение Zachor-Aaronsen). В противном случае, спектральный шум быть преобладающим. Протоколируют значение RMS вибрации T в процентах в следующих полосах:

$$\begin{array}{ll} \Delta T_1 = T_{3082} - T_{2984} & \Delta T_6 = T_{1601} - T_{1564} \\ \Delta T_2 = T_{3060} - T_{2984} & \Delta T_7 = T_{1583} - T_{1564} \\ \Delta T_3 = T_{3001} - T_{2984} & \Delta T_8 = T_{1069} - T_{1104} \\ \Delta T_4 = T_{2923} - T_{2870} & \Delta T_9 = T_{1028} - T_{997} \\ \Delta T_5 = T_{2849} - T_{2870} & \Delta T_{10} = T_{1002} - T_{994} \end{array} \quad (14)$$

9.6.4 Вибрация сильно поглощающих полос обычно является результатом неточности при отборе проб или ограничения в аналоговой (электрической) схеме. Протоколируют изменение RMS пропускания каждого из центров полос, установленных в 9.5.4. Если проводят расчет величины, полагают, что центры полос находятся при 0 % T и вычисляют изменение RMS из 0 % T или еще определяют истинную пропускающую способность каждого из центров полос, используя независимый метод, а также используют эти значения для расчета изменений RMS.

10 Ключевые слова

10.1 Фурье преобразование в инфракрасной области; FT-IR; испытание уровня один; испытание уровня ноль; испытание для определения рабочих характеристик; спектрометры

Приложение
(Обязательная информация)

**A1 Алгоритм центра тяжести для определения
месторасположения пика**

A1.1 Если пики полистирола, вычисленные в 9.5.1 нужно сравнивать с сертифицированными пиковыми значениями волнового числа, опубликованными Национальным институтом стандартов и технологий (NIST) для стандартного эталонного материала 1921, то нужно придерживаться методик по сбору данных, расчету и вычислению, изложенных ниже. Настоящая методика аналогична методике, представленной в литературе.¹

A1.2 Сбор и вычисление спектров:

A1.2.1 Однолучевой спектр полистирола и соответствующий фоновый спектр пустого луча следует собирать при разрешении не менее 4 см^{-1} .

A1.2.2 При вычислении однолучевых спектров, следует применять обнуление для получения шага точки на графике меньше $0,25 \text{ см}^{-1}$. Предпочитают использовать аподизацию Хемминга или Хапп-Ганзеля. Если эти аподизации не доступны, то следует использовать треугольную аподизацию.

A1.2.3 Для получения спектра пропускания следует установить отношение однолучевого спектра полистирола к спектру пустого луча.

A1.3 Вычисление месторасположения пика:

A1.3.1 Для каждого пика определяют точку минимального пропускания, самую близкую к ожидаемому положению пика. Волновое число, при котором возникает минимум, будет обозначаться $\bar{\nu}_{\text{пика}}$ и значение пропускания будет обозначаться $T(\bar{\nu}_{\text{пика}})$. Смотреть Рисунок A1.1 в качестве примера.

A1.3.2 Определяют местоположение локальных максимумов в пропускании, которое возникает на каждой боковой поверхности пика. Волновое число и пропускание минимума на боковой поверхности пика с большим волновым числом обозначается $\bar{\nu}_{\text{max1}}$ и $T(\bar{\nu}_{\text{max1}})$, а волновое число и пропускающая способность минимума для меньшего пика обозначается $\bar{\nu}_{\text{max2}}$ и $T(\bar{\nu}_{\text{max2}})$ и боковая поверхность волнового числа пика обозначается $\bar{\nu}_{\text{max1}}$ и $T(\bar{\nu}_{\text{max1}})$ и боковая поверхность волнового числа пика обозначается $\bar{\nu}_{\text{max2}}$ и $T(\bar{\nu}_{\text{max2}})$. Пронумеровывают точки на графике между $\bar{\nu}_{\text{max1}}$ и $\bar{\nu}_{\text{max2}}$, начиная с $\bar{\nu}_{\text{max1}}$ и увеличивая по направлению меньшего волнового числа. Смотреть Рисунок A1.1 в качестве примера.

A1.3.3 Определяют, какой из локальных максимумов возникает при меньшем значении пропускания. Если $T(\bar{\nu}_{\text{max1}}) > T(\bar{\nu}_{\text{max2}})$, то значение нулевой линии, по которому определяют пик составляет $T(\bar{\nu}_{\text{max2}})$.

¹ Камерон Д.Г., Кауппинен Дж.К., Моффатт Д.Дж. и Мантч Х.Х. «Прикладная спектроскопия», том 36, 1982 г., стр. 245 – 250.

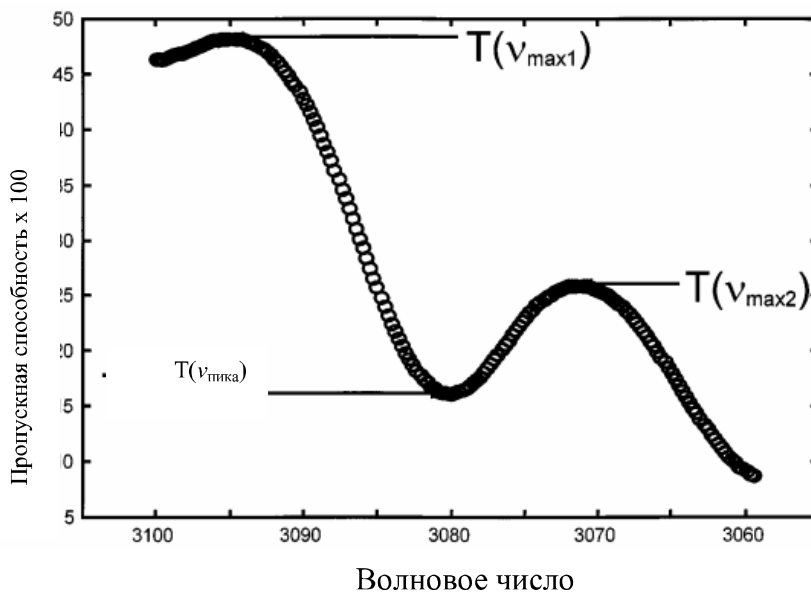


Рисунок А1.1 – Пример определения минимума пика и локальных максимумов

Если $T(\bar{v}_{\max 2}) > T(\bar{v}_{\max 1})$, то значение нулевой линии, по которому определяют пик составляет $T(\bar{v}_{\max 1})$. В примере на Рисунке А1.1 $T(\bar{v}_{\max 2})$ вероятно будет точкой нулевой линии. Волновое число и пропускную способность для этой точки обозначают $T_{\text{(нулевой линии)}}$ и $\bar{v}_{\text{(нулевой линии)}}$.

А1.3.4 Рассчитывают ΔT , разность между $T_{\text{нулевой линии}}$ и $T(\bar{v}_{\text{пика}})$. Пример таких расчетов показан на Рисунке А1.2.

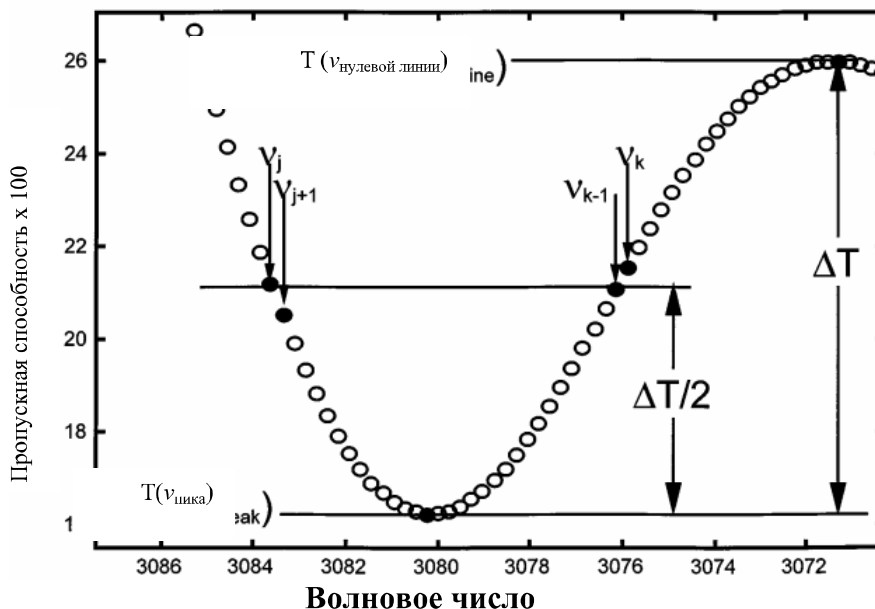


Рисунок А1.2 – Пример расчета местоположения пика

А1.3.5 Рассчитывают $\Delta T/2$, одну половину высоты пика относительно нулевой линии. На боковой поверхности пика с повышенным волновым числом определяют точку

j , так, чтобы $T(\bar{v}_j) > T(\bar{v}_{\text{пика}}) + \Delta T/2 > T(\bar{v}_{j+1})$. На боковой поверхности пика с низким волновым числом, определяют точку k , так, чтобы $T(\bar{v}_k) > T(\bar{v}_{\text{пика}}) + \Delta T/2 > T(\bar{v}_{k-1})$.

A1.3.6 Рассчитывают местоположение пика при помощи формулы центра тяжести, \bar{v}_{cog} :

$$\bar{v}_{\text{cog}} = \delta_v \cdot \frac{\sum_{i=j}^{k-1} (i-j-1/2) \left[\frac{T(\bar{v}_i) + T(\bar{v}_{i+1})}{2} - \frac{\Delta T}{2} \right]}{\sum_{i=j}^{k-1} \left[\frac{T(\bar{v}_i) + T(\bar{v}_{i+1})}{2} - \frac{\Delta T}{2} \right]} + \bar{v}_{j+1},$$

(A1.1)

где, δ_v - шаг точки на графике.

УДК 622.053.6-034(083)

МКС 75.180.30

Ключевые слова: Фурье преобразование в инфракрасной области; FT-IR; испытание уровня один; испытание уровня ноль; испытание для определения рабочих характеристик; спектрометры
