ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57941— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Инфракрасная спектроскопия. Качественный анализ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 ноября 2017 г. № 1731-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Е1252-98 (2013)e1 «Стандартная практика общих методов получения инфракрасных спектров для качественного анализа» (ASTM E1252-98 (2013)e1 «Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis», MOD) путем включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок, показателей, их значений и/или внесения изменений по отношению к тексту применяемого стандарта АСТМ, которые выделены курсивом.

Разделы (подразделы, пункты), не включенные в настоящий стандарт, приведены в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта АСТМ приведено в дополнительном приложении ДБ.

В настоящем стандарте исключена ссылка на стандарт АСТМ Е168, т. к. он был отменен, а также на стандарты АСТМ Е573, АСТМ Е932, АСТМ Е1421 и АСТМ Е1642, т. к. они носят справочный характер.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ, приведены в дополнительном приложении ДВ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Общие сведения 1
5 Анализ *полимерных композитов* 6
6 Анализ полимерных материалов 10
7 Анализ других видов материалов 13
8 Особые виды анализа 19
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ 22
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ 23
Приложение ДВ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ 24

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Инфракрасная спектроскопия. Качественный анализ

Polymer composites. Infrared spectroscopy. Qualitative analysis

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к проведению качественного анализа полимерных композитов методами инфракрасной спектроскопии в спектральном диапазоне от 4000 до 50 $см^{-1}$, при котором количество доступного для анализа образца не является ограничивающим фактором. Эти методы используют также для регистрации спектров в ближней инфракрасной области спектра (при волновых числах свыше 4000 $см^{-1}$).

Настоящий стандарт применим к анализу других материалов, таких как чистые органические и неорганические вещества и их смеси, полимерные материалы (как реактопласты, так и термопласты), а также компоненты для их производства, включая смолы, отвердители, ускорители, пластификаторы и проч.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 27176 Приборы спектральные оптические. Термины и определения

ГОСТ Р 57939 Композиты полимерные. Инфракрасная спектроскопия. Общие принципы

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 27176.

4 Общие сведения

4.1 Инфракрасный (ИК) качественный анализ выполняют путем идентификации функциональных групп или путем сопоставления ИК-спектров поглощения неизвестных материалов со спектрами известных эталонных материалов, или обоими способами. Эти спектры получают методами пропуска-

Издание официальное

ния, отражения и другими методами, например, оптико-акустической спектроскопии. Сравниваемые спектры необходимо получать с использованием одного метода и при одинаковых условиях. При использовании опубликованных эталонных спектров необходимо принимать во внимание, что не все эти спектры полностью проверены.

Измерительные приборы и приспособления для инфракрасного качественного анализа выпускаются серийно и доступны для приобретения. Для обеспечения оптимальной производительности и безопасности необходимо соблюдать руководство изготовителя.

4.2 Спектры пропускания получают, размещая тонкий равномерный слой образца перпендикулярно траектории инфракрасных лучей (исключение приведено в 6.5 для устранения возможного появления интерференционных полос в случае анализа тонких пленок). Толщина образца должна быть достаточной для снижения мощности излучения, достигающего детектора на частотах поглощения, используемых в ходе анализа. Для получения наилучших результатов коэффициент поглощения наиболее интенсивных полос должен находиться в пределах от 1 до 2, а несколько полос должны иметь коэффициент поглощения не менее 0,6. Существуют исключения из этого правила, основанные на полярности измеряемых молекул. Например насыщенные углеводороды неполярны, и их характеристические полосы недостаточно интенсивны, однако если не обращать внимания на чрезмерную интенсивность полосы поглощения валентных колебаний С-Н при 2920 $см^{-1}$, интенсивность полос поглощения деформационных колебаний в диапазоне от 1440 до 1460 $см^{-1}$ может составлять от 1,5 до 2,0. Для выполнения достоверного анализа могут потребоваться спектры с различным количеством образца на пути светового пучка. Если спектры анализируют при помощи компьютеризированного сравнения, коэффициент поглощения наиболее интенсивной полосы должен быть менее 1; в противном случае воздействие функции формы спектральной измерительной линии приведет к погрешностям в относительной интенсивности полос в спектрах, измеренных дисперсионными спектрометрами и ИК-Фурье-спектрометрами с определенными функциями аподизации (особенно треугольной).

Метод получения спектров пропускания зависит от состояния образца. Большинство образцов, за исключением самоподдерживаемых тонких пленок, требуют наличия ИК-прозрачных окон или матриц, содержащих образцы. В таблице 1 приведены свойства часто используемых материалов ИК-прозрачных окон. Выбор материала окна зависит от области ИК-спектра, которая будет использоваться для анализа, от отсутствия воздействия на образец и достаточной прочности для типа образца.

Таблица 1 — Свойства материалов окон (в порядке возрастания длинноволновой границы диапазона использования)

Материал окна	Химический состав	Отсечка[1]		Полезный диапазон пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	При (мкм)	Примечания
		(мкм)	($см^{-1}$)	(мкм)	($см^{-1}$)				
Стекло	SiO_2+	~2,5	~4000	0,35—2	28600—5000	Нерастворим	1,5—1,9		HF, щелочь[2]
Кварц (плавленый)	SiO_2	~3,5	~2860	0,2—4	50000—2500	Нерастворим	1,43	4,5	HF[2]
Нитрат кремния	Si_3N_4	—	—	0,3—4,5	33300—2200	—	—	—	—
Карбид кремния	SiC	—	—	0,6—5	16600—2000	—	—	—	—
Кальцит	$CaCO_3$	—	—	0,2—5	50000—2000	—	1,65, 1,5	0,589[3]	Взаимодействует с кислотами
Сапфир	Al_2O_3	~5,5	~1820	0,2—5,5	50000—1820	Нерастворим	1,77	0,55	Хорошая прочность, не разлагается
Алон (ALON)	$9Al_2O_3 \cdot 5AlN$	—	—	0,2—5,5	50000—1700	—	1,8	0,6	—
Шпинель	$MgAl_2O_4$	—	—	0,2—6	50000—1600	—	1,68	0,6	—
Титанат стронция	$SrTiO_3$	—	—	0,39—6	25000—1700	Нерастворим	2,4		HF[2]
Диоксид титана	TiO_2	—	—	0,42—6	24000—1700	Нерастворим	2,6—2,9		H_2SO_4 и щелочь[2]
Фторид лития	LiF	~6,0	~1670	0,2—7	50000—1430	Слаборастворим	1,39	1,39	Кислота[2]
Двуокись циркония	ZrO_2	—	—	0,36—7	27000—1500	Нерастворим	2,15		HF и H_2SO_4[2]
Кремний	Si	—	—	1,5—7 и 10—50	6600—1430	Нерастворим	3,4	11,0	Взаимодействует с HF, щелочь[4]
Оксид иттрия	Y_2	—	—	0,25—8	40000—1250	—	1,9	0,6	—
Оксид иттрия (легированный La)	$0,09La_2O_3 \times$ $\times 0,91Y_2O_3$	—	—	0,25—8	40000—1250	—	1,8	0,6	—
Фторид магния	MgF_2	—	—	2—8	5000—1250	Слаборастворим	1,3	6,7	HNO_3[2]
Оксид магния	MgO	—	—	0,4—8	25000—1300	Нерастворим	1,6	5	Кислота и соли NH_4[2]
Флюорит	CaF_2	~8,0	~1250	0,2—10	50000—1000	Нерастворим	1,40	8,0	Соль амина и соли NH_4[2]
Фторид стронция	SrF_2	—	—	0,13—11	77000—910	Слаборастворим	1,4		
Фторид кальция	CaF_2	—	—	0,2—11	50000—910	Нерастворим	1,34	5,0	Поликристаллический, не разлагается
Фосфид галлия	GaP	—	—	0,5—11	20000—910	—	—	—	—

Продолжение таблицы 1

Материал окна	Химический состав	Отсечка[1)]		Полезный диапазон пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	При (мкм)	Примечания
		(мкм)	($см^{-1}$)	(мкм)	($см^{-1}$)				
Фторид свинца	PbF_2	—	—	0,3—12	3450—830	—	1,7	1	—
Сульфид мышьяка	As_2S_3	—	—	1—12	10000—830	Нерастворим (слаборастворим в горячей воде)	2,59	0,67	Щелочь[2)], размягчается при 195 °С
Фторид бария	BaF_2	~11	~910	0,2—13	50000—770	Нерастворим	1,45	5,1	—
AMTIR	стекло GeAsSe	—	—	0,9—14	11000—720	Нерастворим	2,5	10	Твердый, ломкий, разрушается щелочью, хороший материал ATR
Сульфид цинка	ZnS	—	—	1—14	10000—720	Нерастворим	2,24	5,5	Нерастворим в большинстве растворителей
Фосфид индия	InP	—	—	1—14	10000—720	—	—	—	—
Фторид калия	KF	—	—	0,16—15	62500—670	Растворим	1,3	0,3	Чрезвычайно гигроскопичен; не рекомендуется для обычного использования
Каменная соль	NaCl	~16	~625	0,2—16	50000—630	Растворим	1,52	4,7	Растворим в глицерине[5)]
Сульфид кадмия	CdS	—	—	0,5—16	20000—630	—	—	—	—
Селенид мышьяка	As_2Se_3	—	—	0,8—17	12500—600	Слаборастворим	2,8	—	Растворяется в щелочах
Арсенид галлия	GaAs	—	—	1—17	10000—600	Нерастворим	3,14	—	Слаборастворим в кислотах и щелочах
Германий	Ge	—	—	2—20	5000—500	Нерастворим	4,0	13,0	
Сильвин	KCl	—	—	0,3—21	33300—480	Растворим	1,49	0,5	Растворим в глицерине[5)]
Селенид цинка	ZnSe	—	—	1—21	10000—480	Нерастворим	2,5	1,0	Поликристаллический
Бромид натрия	NaBr	—	—	0,2—23	50000—440	Растворим	1,7	0,35	
Иодид натрия	NaI	—	—	0,25—25	40000—400	Растворим	1,7	0,5	
Хлорид серебра	AgCl	~22	~455	0,6—25	16700—400	Нерастворим	2,0	3,8	Мягкий, темнеет на свету[6)] взаимодействует с металлами
Бромид калия	KBr	~25	~400	0,2—27	50000—370	Растворим	1,53	8,6	Растворим в спирте; мутнеет

Окончание таблицы 1

Материал окна	Химический состав	Отсечка[1]		Полезный диапазон пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	При (мкм)	Примечания
		(мкм)	($см^{-1}$)	(мкм)	($см^{-1}$)				
Теллурид кадмия	CdTe	~28	~360	0,5—28	20000—360	Нерастворим	2,67	10	Кислоты, HNO_3[2]
Хлорид таллия	TlCl	—	—	0,4—30	25000—330	Слаборастворим	2,2	0,75	Токсичен
КРС-6	Tl_2ClBr	—	—	0,4—32	25000—310	Слаборастворим	2,0—2,3	0,6—24	Токсичен
Бромид серебра	AgBr	~35	~286	2—35	5000—290	Нерастворим	—	—	Мягкий, темнеет на свету[6], взаимодействует с металлами
КРС-5	Tl_2BrI	~40	~250	0,7—38	14300—260	Слаборастворим	2,38	4,0	Токсичен, мягкий, растворим в спирте, HNO_3[2]
Бромид цезия	CsBr	~35	~286	0,3—40	33300—250	Растворим	1,66	8,0	Мягкий, мутнеет, растворим в спирте
Иодид калия	KI			0,15—45	66600—220				
Бромид таллия	TlBr			0,45—45	22000—220	Слаборастворим	2,3	0,6—25	Токсичен
Иодид цезия	CsI	~52	~192	0,3—50	33300—220	Растворим	1,74	8,0	
Полиэтилен высокого давления	$(CH_2CH_2)_n$	—	—	20—220	500—45	Нерастворим	1,52	—	Очень мягкий, органические жидкости проникают в полимер при комнатной температуре
Полиэтилен	$(CH_2CH_2)_n$	—	—	2—220	5000—45	Нерастворим	1,52	—	Размягчается при 90 °С
Микропористый политетрафторэтилен	$(CF_2CF_2)_n$	—	—	2—220	5000—45	Нерастворим	1,52	—	Может использоваться до 200 °С кратковременно
Алмаз	C	—	—	2—3 и 6—300	4500—2500 и 1670—33	Нерастворим	2,4	10	$K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4[2]

[1] Отсечка определяется как диапазон частот, в пределах которого коэффициент пропускания образца толщиной 2 см превышает 0,5 (спектрометры с преобразованием Фурье могут работать за пределами этого диапазона).

[2] Взаимодействует с указанным веществом.

[3] Обыкновенный и необыкновенный лучи.

[4] Длинноволновые границы зависят от степени чистоты.

[5] Материл окон будет взаимодействовать с некоторыми неорганическими веществами, например, SO_2, HNO_3, $Pb(NO_3)_2$.

[6] Хранить материалы в темноте, не допускать контакта с металлическими рамами.

4.3 Спектры, полученные в режиме отражения, обычно имеют признаки как отражения, так и поглощения, и подвержены влиянию показателей преломления среды и поверхностей раздела. Обработка результатов полученных спектров должна быть основана на эталонном эксперименте в аналогичных условиях. В частности, необходимо принимать во внимание, что спектр поверхности образца, полученный методом отражения, зачастую будет отличаться от спектров основного материала, полученных методом спектроскопии пропускания. Это происходит потому, что химические свойства поверхности зачастую отличаются от свойств основного материала, ввиду таких факторов, как окисление поверхности, миграция продуктов от основной части к поверхности, а также возможные загрязнения поверхности. Некоторые измерения параметров поверхности чрезвычайно чувствительны к небольшим количествам материалов, присутствующих на поверхности, в то время как спектроскопия пропускания относительно нечувствительна к этим незначительным элементам.

Существуют различные способы получения спектров отражения:

- зеркальное отражение (см. 5.6);
- диффузное отражение (см. 5.7);
- отражение-поглощение (см. 5.8);
- внутреннее отражение, или нарушенное полное внутреннее отражение (НПВО, см. 5.10);
- спектроскопия скользящего отражения.

4.4 Оптико-акустические ИК-спектры рассматриваются в 8.2.

4.5 Эмиссионная спектроскопия рассматривается в 8.4.

5 Анализ *полимерных композитов*

5.1 Общие сведения

Анализ полимерных композитов проводят так же, как и анализ любых других твердых веществ, однако есть некоторые особенности. Полимерные композиты, как правило, являются неплавкими и нерастворимыми веществами, что сильно ограничивает возможные методы исследования. Структура полимерных композитов неоднородна, поэтому результаты анализа могут существенно зависеть от выбранного метода анализа и пробоподготовки. Наличие в составе полимерного композита армирующего наполнителя может потребовать увеличения времени измельчения образца. Из-за интенсивного поглощения графита и подобных ему материалов в ИК области анализ полимерных композитов, содержащих такие наполнители как углеродное волокно или технический углерод, требует повышенного внимания к выбору метода анализа и пробоподготовки.

Примечание — Методы, описанные в данном разделе, применимы для анализа любых твердых веществ.

5.2 Ячейки высокого давления с алмазными наковальнями

Анализ *некоторых полимерных композитов* может быть выполнен с использованием ячеек высокого давления с алмазными наковальнями согласно ГОСТ Р 57939. *Однако чаще всего полимерные композиты невозможно спрессовать в тонкую пленку.*

5.3 Прессование таблеток с галогенидами щелочных металлов

Этот метод предполагает измельчение образца *полимерного композита*, смешивание его с порошком галогенида щелочного металла и прессование получившейся смеси в таблетку или диск. Рассеяние ИК-излучения уменьшается за счет включения частиц образца в матрицу с сопоставимым показателем преломления. Галогениды щелочных металлов используют потому, что они обладают свойством холодного течения и не поглощают в широкой области спектра. Наиболее часто используется KBr, но KCl и CsI также применяют для лучшего соответствия показателей преломления, расширения спектрального диапазона, или чтобы избежать ионного обмена с другим образцом галоидной соли. Метод прессования таблеток применим для многих органических материалов, однако существуют ограничения, связанные с несколькими химическими классами материалов. Соли аминов, соли карбоновых кислот и некоторые неорганические соединения могут взаимодействовать с галогенидами щелочных металлов и давать спектр, отличающийся от спектра исходного образца.

Поскольку полученный спектр зависит от размера частиц, важно готовить и образец, и образец сравнения одинаковым способом, чтобы воспроизвести распределение размера частиц. Следует также

отметить, что кристаллическая структура вещества может меняться при измельчении или под действием высокого давления при прессовании таблеток, что вызовет изменение ИК-спектра.

Для получения прозрачной таблетки и образец, и порошок галогенида щелочного металла должны быть сухими. Как правило, соотношение количеств образца к порошку KBr должно находиться в диапазоне от 1/50 до 1/1000 в зависимости от типа образца. Образцы измельчают с помощью ступки и пестика или механической вибромельницы до получения размера частиц меньше длины волны ИК-излучения (например, менее 2 мкм), чтобы минимизировать рассеивание ИК-излучения. Во избежание загрязнения образца при измельчении ступка и пестик должны быть изготовлены из агата, оксида алюминия или карбида бора. При правильном измельчении обычно получается глянцевый слой, прилипающий к ступке. В ступку добавляют KBr (или другой галогенид щелочного металла) и тщательно перемешивают с образцом. Смесь KBr с образцом помещают в специальную форму и сжимают до небольшого диска толщиной около 1 мм. Прилагаемое усилие зависит от диаметра формы. Лучшие таблетки формируются при предварительном вакуумировании формы, наполненной смесью KBr и образца, до начала приложения давления. Этот процесс позволяет максимально снизить количество воды в прессованной таблетке.

Для регулярного качественного анализа многих соединений необходимой степени измельчения и смешивания можно добиться путем измельчения смеси KBr и образца в вибромельнице в течение от 30 до 60 с.

Порошок галогенида щелочного металла может использоваться в качестве мягкого абразива для сбора проб поверхностных слоев таких материалов, как краски. Таблетки, изготовленные из таких порошков, используют для исследования атмосферного воздействия на отделочные покрытия и для экспертного сравнения автомобильных покрытий.

Часто используют миниатюрный пресс для прессования таблеток диаметром до 0,5 мм. Качество полученного спектра можно повысить, установив маленькую таблетку в световой конденсор в отсеке для образца ИК-спектрометра. Это приводит к дополнительной фокусировке ИК-луча, при этом его диаметр обычно уменьшается в 4—6 раз.

5.4 Метод полимерной матрицы

Порошкообразный полиэтилен высокого давления можно использовать в качестве материала матрицы в области от 500 до 50 $см^{-1}$. Поскольку полосы поглощения в дальней ИК-области спектра обычно имеют низкий уровень интенсивности, требуется сравнительно высокое соотношение образец-полиэтиленовый порошок. Тщательно перемешанную смесь образца с полиэтиленом помещают в форму и нагревают до 90 °С. Это позволяет получить спрессованную пленку с равномерно распределенным в ней образцом. Эта процедура применима только к соединениям, которые являются стабильными при 90 °С.

5.5 Суспензии

Этот метод предполагает измельчение образца *полимерного композита* с небольшим количеством жидкости — суспендирующим агентом. Фторированное масло используется для области от 4000 до 1300 $см^{-1}$, а вазелиновое масло — для области от 1300 до 50 $см^{-1}$. Для получения полного спектра необходимо использовать суспензии в обеих жидкостях. Качественные спектры можно получить, используя только один суспендирующий агент (обычно вазелиновое масло), при условии, что поглощение масла не перекрывает области спектров, имеющие большое значение для анализа.

Приблизительно от 3 до 9 мг образца помещают в ступку из агата, оксида алюминия или карбида бора, измельчают до получения частиц диаметром менее 2 мкм и равномерно распределяют по всей поверхности ступки. На данном этапе образец должен иметь глянцевый вид. Добавляют одну или несколько капель суспендирующего агента, после чего продолжают энергичное измельчение до получения однородной массы консистенции сливок. С помощью чистого резинового шпателя пасту переносят на плоскую пластину из NaCl, KBr или другого материала (одноразовые карточки применимы для областей ИК-спектра от средней до дальней, при этом окна из полиэтилена высокого давления (ПЭВД) применимы в области менее 200 $см^{-1}$) и равномерно распределяют по средней части пластины. При помощи второй пластины пасту сжимают в тонкую пленку путем аккуратного вращения верхней пластины (для одноразовых карточек и окон из ПЭВД это действие не требуется). В этот момент правильно приготовленная суспензия должна быть достаточно прозрачной в видимом свете (мутный вид означает, что необходимо дальнейшее измельчение).

Таблица 2 — Суспендирующие агенты

Суспендирующий агент	Максимумы пиков поглощения, $см^{-1}$
Вазелиновое масло	2952
	2921
	2869
	2952
	1460
	1378
	721
Фторированное масло	1275
	1230
	1196
	1141
	1121
	1094
	1034
	961
	896
	830
	735
	650
	594
	543
	519
Примечание — Для наименьшего поглощения суспендирующего агента необходимо использовать вазелиновое масло в области примерно от 1350 до 400 $см^{-1}$ и фторированное масло в области от 4000 до 1350 $см^{-1}$. Рекомендуется регистрировать эталонный ИК спектр суспендирующего агента, используемого в лаборатории.	

При работе с двумя суспендирующими агентами удобно использовать две ступки и два пестика. *Для получения единого спектра необходима* регулировка толщины пленки полученной массы таким образом, чтобы полосы поглощения в обеих областях спектра обладали одинаковой относительной интенсивностью. Для этого необходимо выбрать полосу поглощения образца, на которую не влияют оба суспендирующих агента, а также отрегулировать толщину пленки таким образом, чтобы интенсивность этой полосы поглощения была практически одинаковой в спектрах обеих суспензий. Точная регулировка толщины пленки *не требуется* при использовании измерительного прибора (ИК-Фурье или дисперсионного), обеспечивающего хранение цифровых данных и, тем самым, позволяющего корректировать относительную интенсивность спектров с помощью компьютеризированных расчетов, основанных на полосе поглощения образца, не испытывающей влияния суспендирующих агентов. Для выполнения расчетов для конкретной измерительной системы пользователям необходимо обратиться к руководству изготовителю.

Другой метод, используемый для приготовления высококачественных суспензий, заключается в измельчении образца и суспендирующего агента в измельчителе с двумя вращающимися стеклянными

пластинами с электроприводом. Этот метод полезен при подготовке суспензий многих органических веществ, однако не рекомендуется для жестких материалов, поскольку в образец в виде загрязнения может попасть стекло. Измельчение можно выполнить вручную с помощью стеклянного шлифа большого диаметра.

5.6 Спектроскопия зеркального отражения

Плоская поверхность отражает падающий пучок света на угол отражения, равный углу падения. Измеренный спектр отражения включает данные о поглощающих свойствах материала. Зачастую он оказывается сильно искаженным. Применяя преобразования Крамерса-Кронига к наблюдаемому спектру, из этих данных можно извлечь нормальный спектр поглощения (см. ГОСТ Р 57939).

5.7 Спектроскопия диффузного отражения

При использовании в сочетании с ИК-Фурье-спектрометром данный метод иногда обозначают DRIFT. Благодаря своей простоте и удобству подготовки образца этот метод получил широкое признание в качестве метода анализа ряда материалов. Он также предпочтителен для образцов, сильно отражающих или рассеивающих инфракрасное излучение.

Этот метод обычно применяется для твердых измельченных образцов (как в случае с приготовлением таблеток или суспензий), которые смешивают с порошком KBr, KCl или другими оптически прозрачными материалами, или их смесями. Спектры в диапазоне менее 400 $см^{-1}$ можно получить с помощью полиэтиленового порошка. Смесь загружают в чашечку для анализа, которую устанавливают в приспособление для диффузного отражения. Полученные спектры могут существенно отличаться от спектров, полученных методом спектроскопии пропускания.

Еще один метод, используемый для получения твердых образцов для спектроскопии DRIFT, основан на применении абразивных пробоотборников, изготовленных из карбида кремния, алмаза или других твердых веществ. Эти одноразовые пробоотборники, поставляемые рядом изготовителей, предлагают простые средства отбора проб жестких неорганических веществ (например, минералов) и органических веществ (например, термореактивных смол).

5.8 Спектроскопия поглощения-отражения

Данный метод используется для получения спектров поглощения нерастворимых покрытий на отражающих основаниях, например, ровных металлических поверхностях. Спектры покрытий толщиной до 1 мкм можно получить с помощью приспособления спектрального отражения.

5.9 Полное отражение

Доступны приспособления, способные измерять и диффузионную, и отражающую составляющие спектра инфракрасного отражения. Одним из специальных типов дополнительного оборудования является фотометрический шар, фиксирующий излучение, отраженное под всеми углами, и зачастую имеющий специальный детектор с большой площадью поверхности. При определенных условиях зеркальную составляющую отраженной энергии можно уменьшить или даже исключить до попадания энергии на детектор. Этот тип приспособления полезен для измерения общей энергии, отраженной от образца, для изучения образцов (таких как ткани), с которыми нелегко справиться традиционными методами.

5.10 Спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО)

С помощью этого метода можно проводить анализ массивных образцов, включая полимерные пленки и жидкости, если поверхность имеет те же свойства, что и внутренняя часть образца. В случае с материалами с твердой поверхностью, когда при анализе методом НПВО сложно добиться плотного контакта между элементом нарушенного полного внутреннего отражения и образцом, контакт можно улучшить, нагревая и элемент НПВО, и материал, находящиеся в контакте под давлением. Однако этот способ зачастую приводит к разрушению элемента НПВО.

5.11 Другие методы

К другим подходящим методам анализа полимерных композитов относятся оптико-акустическая спектроскопия (см. 8.2) и пиролиз (см. 8.3).

6 Анализ полимерных материалов

6.1 Полимеры, растворимые в воде

Анализ пленкообразующих полимеров, растворимых в воде, легко проводится в области от 4000 до 400 $см^{-1}$ в виде отлитых пленок на плоских пластинах из бромида серебра (AgBr) (другие материалы окна приведены в таблице 1). Чтобы отлить пленку одинаковой толщины около 0,01 мм, готовят подходящий разбавленный водный раствор полимера. Бромид серебра менее чувствителен к интенсивному видимому или ультрафиолетовому свету, чем хлорид серебра (AgCl), но со временем он темнеет. Поэтому пластины необходимо хранить в темноте. Для данных измерений необходимо использовать только прозрачные пластины AgBr. Кроме того, во избежание формирования интерференционных полос плоские пластины из AgBr или AgCl должны иметь толщину не менее 2 мм. Пластины легко чистятся повторным растворением отлитой пленки в воде.

Пленки водорастворимых полимеров, отлитые на стекле, легко анализируют после отслаивания пленки со стекла. Водорастворимые полимеры, не формирующие хороших пленок, можно анализировать методом прессования таблеток (см. 5.3).

6.2 Полимеры, растворимые в органических растворителях

Разнообразные растворители, такие как 1,2-дихлорбензол, толуол, метилэтилкетон, диметилформамид (ДМФА), тетрагидрофуран (см. примечание) используют для формирования полимерных пленок на пластинах из галогенидов щелочных металлов. Растворитель удаляют путем нагрева в среде азота с помощью ИК-лампы или в вакуумной печи. Идеально отлитая однородная пленка имеет толщину от 0,01 до 0,05 мм и не имеет спектральных признаков растворителя. В большинстве случаев растворы полимеров можно получить только при нагревании, для этого, во избежание разлома пластины, необходим предварительный нагрев пластины из KBr или NaCl до нанесения раствора полимера. Пластина из CsI дает возможность регистрировать спектры в более широком диапазоне, при этом она не чувствительна к тепловому удару. В таблице 3 приведен перечень растворителей, используемых для растворения полимеров различных классов. Пленки можно отливать из органических растворителей прямо на элементе нарушенного полного внутреннего отражения, регистрируя спектры для качественного анализа методом НПВО. Кроме того, для материалов, растворимых в растворителях, которые можно легко испарить при температурах ниже 75 °С, можно использовать метод одноразовых карточек, описанный в 7.1.4.

Примечание — Тетрогидрофуран (ТГФ) используют для растворения полимеров определенных классов. Требуется использовать свежий или ингибированный ТГФ. После открытия бутылки свежий ТГФ медленно образует пероксиды. При нагревании ТГФ, содержащего пероксид, для растворения образца возможен мощный взрыв. При использовании для изготовления полимерной пленки ингибированного ТГФ регистрируется остаточное поглощение от ингибитора.

Таблица 3 — Растворители, используемые при отливке полимерных пленок

Класс	Обобщенное наименование	Растворитель[1)]
Ацетатные смолы	Полиформальдегид	1,2-дихлорбензол
Акрилаты	ABS-триполимеры	1,2-дихлорбензол
	Этиленовый сополимер акриловой кислоты	1,2-дихлорбензол
	Акрилонитрилбутадиеновый сополимер	1,2-дихлорбензол
	Полиакриламид	Вода
	Полиэтилакрилат	1,2-дихлорбензол
	Этилакрилат	1,2-дихлорбензол
	Этилакрилатэтилен сополимер	1,2-дихлорбензол
	Полиметилакрилат	1,2-дихлорбензол
	Полиметилметакрилат	Ацетон

Продолжение таблицы 3

Класс	Обобщенное наименование	Растворитель[1)]
Акрилаты	Метилметакрилатстирол сополимер	1,2-дихлорбензол
	Полиакрилонитрил	ДМСО или ДМФА
	Полиметакриламид	Вода
	Полинатриевый акрилат	Вода
Аминовые смолы	Меламинформальдегид	[2)]
	Мочевинный формальдегид	[2)]
Целлюлозы	Ацетат целлюлозы	Ацетон
	Ацетобутират целлюлозы	1,2-дихлорбензол или ацетон
	Нитрата целлюлозы	Ацетон
	Пропинат целлюлозы	Ацетон
	Этилцеллюлоза	1,2-дихлорэтан
	Гидроксиэтилцеллюлоза	Вода
	Метилцеллюлоза	Вода
	Натриевая карбоксиметилцеллюлоза	Вода
Кумароновые и терпеновые смолы	Политерпен кумароноинденовой смолы	1,2-дихлорбензол
Эпоксидные смолы	Полимеры на диглицидном эфире бисфенола-А (отвержденные)	[2)]
	(Неотвержденные)	1,2-дихлорбензол
	Эпоксидный фенолформальдегид	Ацетон
Полимеры этилена	Полиэтилен	1,2-дихлорбензол
	Сополимер этилена и пропилена	1,2-дихлорбензол
	Полиэтиленоксид[3)]	Ацетон или CCl_4 или [2)]
Фторуглероды	Политетрафторэтилен	[2)]
	Поливинилфторид	ДМФА
Фурановые смолы	Фурфуролфенольные смолы	Метиленхлорид или метанол
Изопрен	Полиизопрен	Толуол или 1,2-дихлорбензол
Природные смолы	Акроидные смолы	Ацетон
	Битум	Метиленхлорид
	Сплавленный копалс конго	1,2-дихлорбензол
	Смола копалс конго	ДМФА
	Копалс-каури	1,2-дихлорбензол
	Копалс-манилас	ДМФА
	Ост-индский бату	1,2-дихлорбензол
	Ост-индский пале	1,2-дихлорбензол
	Элеми	1,2-дихлорбензол

Продолжение таблицы 3

Класс	Обобщенное наименование	Растворитель[1)]
Природные смолы	Шеллак	ДМФА
	Виниловый спирт	Ацетон
Нейлоны	Нейлон 6	ДМФА
	Нейлон 6/10	ДМФА
	Нейлон 7	ДМФА
	Нейлон 11	ДМФА
Фенольные смолы	Фенолформальдегид	Тетрагидрофуран
	Резорцинформальдегид	Тетрагидрофуран
Поликарбонаты	Полимер карбоната бисфенола	Метиленхлорид, тетрагидрофуран, 1,2-дихлорбензол
Полиэфиры	Полиэтилентерефталат	1,2-дихлорбензол
Полибутилен	Полиизобутилен	1,2-дихлорбензол
Пропиленовые полимеры	Полипропилен	1,2-дихлорбензол
	Полипропиленоксид	1,2-дихлорбензол
Протеин	Казеин	[2)]
Пластмассы	Зеин	[2)]
Стирольные полимеры	Полистирол	1,2-дихлорбензол
	Большинство сополимеров стирола	1,2-дихлорбензол
Полисульфоны		Тетрагидрофуран
Полиуретаны	Отвержденные	Горячий ДМСО[2)]
	Неотвержденные	Тетрагидрофуран, ДМСО, ДМФА
Тиокол	Сернистые алкилы, дисульфидалкилэфировый сополимер	1,2-дихлорбензол
Виниловые полимеры	Поливинилацеталь	1,2-дихлорбензол
	Поливинилацетат	Ацетон
	Поливиниловый спирт	Вода
	Ацетат поливинилового спирта	Вода
	Поливиниловый этиловый эфир	1,2-дихлорбензол
	Поливинилбутираль	ДМФА
	Поливинилхлорид	1,2-дихлорбензол
	Поливинилхлорид-ацетат	1,2-дихлорбензол
	Сополимер поливинилхлорида и метилакрилата	1,2-дихлорбензол
	Полифинилформаль	Ацетон или этилендихлорид
	Поливиниловый пропинат	1,2-дихлорбензол
	Поливиниловый пиролидон	Вода
	Поли-N-винилокарбазол	ДМФА
	Поливиниловый циклогексан	1,2-дихлорбензол

Окончание таблицы 3

Класс	Обобщенное наименование	Растворитель[1)]
Сополимер винилидена	Винилиденхлорид-акрилонитрил	1,2-дихлорбензол, ДМФА
	Сополимер винилиденхлорида и буталакрилата	1,2-дихлорбензол
	Сополимер винилиденхлорида и этилакрилата	1,2-дихлорбензол
	Сополимер винилиденхлорида и винилхлорида	1,2-дихлорбензол
Ксилол	Поли-пара-ксилилен	1,2-дихлорбензол

[1)] Допускается использование других растворителей аналогичного типа.
[2)] Анализ высокосшитого или нерастворимого полиуретана проводят методом таблеток или суспензий, растворимых в ДМСО — в виде пленки.
[3)] Растворимость зависит от молекулярного веса.

6.3 Суспензии латексов (в воде)

Подходящие пленки можно изготовить из водных суспензий латексов, отлив тонкую пленку (толщиной около 0,01 мм) на стекле, высушив, а затем сняв высохшую пленку со стекла и растянув ее на жестком каркасе. Несмотря на то, что эти материалы не растворяются в воде, метод, представленный в 6.1 для водорастворимых полимеров, часто используют как альтернативный метод для отливки пленки на пластине из AgCl (способ устранения интерференционных полос описан в 6.5.).

6.4 Нерастворимые сшитые полимеры

Нерастворимые сшитые полимеры, которые невозможно спрессовать в тонкую пленку, можно анализировать в форме прессованных таблеток с KBr или суспензий. Некоторые эластичные полимеры можно измельчить, охладив их жидким азотом или твердой двуокисью углерода. К другим подходящим методам относится НПВО, оптико-акустическая спектроскопия (см. 8.2), диффузное отражение (см. 5.7) и пиролиз (см. 8.3).

6.5 Горячепрессованные или горячекатаные полимерные пленки

Горячепрессованные пленки изготавливают, поместив полимер между листами алюминиевой фольги и сжав при температуре свыше температуры размягчения. Горячепрессованные или горячекатаные пленки можно анализировать, закрепив пленку на жесткой рамке. Зачастую использование таких пленок приводит к возникновению интерференционных полос, накладывающихся на спектр полимера. Поскольку период этих полос зависит от толщины и показателя преломления пленки, это можно использовать для определения толщины пленки, если известен показатель преломления. Если эти полосы усложняют интерпретацию результатов спектра полимера, обычно их можно уменьшить или устранить, придав поверхности пленки шероховатость; однако это приводит к некоторому рассеянию ИК-излучения. Другой способ заключается в нанесении на поверхность пленки тонкого слоя минерального или фторированного масла, в зависимости от изучаемого диапазона частот. Помимо этого, можно установить пленку под углом Брюстера к плоскополяризованному пучку излучения.

Интерференционные полосы можно также удалить из спектров, зарегистрированных с помощью ИК-Фурье-спектрометра, изменив исходную картину интерференции. Эти полосы возникают из-за присутствия слабого вторичного (и иногда более высокого порядка) центрального импульса, накладывающегося на интерференционную картину. Устранение этого центрального импульса путем создания прямой линии в этой области интерференционной картины позволяет устранить или уменьшить интерференционные полосы спектра, но за счет создания нескольких слабых артефактов в спектре.

7 Анализ других видов материалов

7.1 Анализ жидкостей

7.1.1 Кюветы фиксированной толщины

Разнообразные жидкие образцы низкой или средней вязкости могут вводиться в герметичные кюветы фиксированной толщины. Коммерчески доступны кюветы из различных материалов различной

толщины (обычно от 0,01 до 0,20 мм). Рассмотрение материалов кювет и рекомендации по выбору толщины даны в 4.2.

7.1.2 Жидкие пленки

Некоторые жидкости обладают слишком высокой вязкостью для введения в кювету. Для изучения вязких жидкостей одну или несколько капель размещают в центре плоского стекла. Другое плоское стекло помещают сверху жидкости. Прикладывают давление, чтобы сформировать однородную тонкую пленку без пузырьков размерами, превышающими диаметр светового луча. Толщина пленки зависит от прилагаемого давления и вязкости жидкости. Пленка, подготовленная таким образом, имеет толщину приблизительно 0,01 мм. Летучие и высокоподвижные жидкости могут быть потеряны при подготовке пленки таким образом. В случае, когда для получения качественного спектра требуется большая толщина, могут использоваться сменные прокладки.

7.1.3 Спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО)

Вязкие материалы можно наносить на одну или обе стороны элемента нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

7.1.4 Одноразовые карточки

Одноразовые карточки могут быть использованы для получения спектров нелетучих жидкостей. Наносят очень маленькую каплю жидкости, обычно менее 10 $мм^3$, рядом с краем зоны нанесения образца. Если образец не растекается по поверхности подложки, его можно распределить подходящим инструментом. Пробу наносят тонким слоем, полностью покрывающим достаточно большую площадь, чтобы весь пучок излучения проходил через пробу. Следует обратить внимание, что при этом будут потеряны любые летучие компоненты смеси, из-за чего использование одноразовых карточек для таких систем может быть неудачным выбором.

7.1.5 Методы с использованием растворов

7.1.5.1 Анализ материалов, растворимых в ИК-прозрачном растворителе: метод комбинации растворителей

Многие твердые и жидкие пробы растворимы в растворителях, которые прозрачны в определенных частях инфракрасной области спектра. Перечень растворителей, обычно используемых при получении спектров растворов, приведен в таблице 4. Выбор растворителей зависит от нескольких факторов. Изучаемые образцы должны иметь достаточную растворимость, они не должны взаимодействовать с растворителем, а растворитель должен иметь окна прозрачности в таких областях, чтобы получить качественные спектры. Часто можно подобрать сочетание растворителей и материалов окон, позволяющее получить ряд качественных спектров растворов во всей ИК-области спектра. В одном варианте метода комбинации растворителей в качестве растворителей используют тетрахлорид углерода (CCl_4) и сероуглерод (CS_2).

Предупреждение — Тетрахлорид углерода CCl_4 и сероуглерод CS_2 токсичны; их необходимо хранить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу. Во многих лабораториях использование этих растворителей запрещено. Кроме того, CS_2 чрезвычайно легко воспламеняется; хранение допускается только вдали от источников воспламенения, даже паровой бани. Кроме того, CS_2 взаимодействует (иногда бурно) с первичными и вторичными алифатическими аминами, поэтому он не должен использоваться в качестве растворителя для этих соединений. Тетрахлорид углерода CCl_4 взаимодействует с металлическим алюминием. В зависимости от условий, таких как температура и размеры частиц, реакция может быть чрезвычайно бурной.

CCl_4 обладает незначительным поглощением в области от 4000 до 1330 $см^{-1}$, а CS_2 — в области от 1330 до 400 $см^{-1}$ в кюветах толщиной около 0,1 мм (допускается применение других растворителей).

Таблица 4 — Распространенные ИК-прозрачные растворители

Соединение[1)]	Состав	Окна прозрачности ($см^{-1}$)	Толщина кюветы (мм)
Тетрахлорид углерода	CCl_4	5000—909, 666—36[2)]	0,1
		5000—1316 (поглощение ~ 1666—1429)	0,1
		5000—1666, 1499—1299	1,0
		250—36	2,0

Окончание таблицы 4

Соединение[1)]	Состав	Окна прозрачности ($см^{-1}$)	Толщина кюветы (мм)
Тетрахлорэтилен	C_2Cl_4	5000—1042[2)]	0,1
		5000—1408[2)]	1,0
Хлороформ[3)]	$CHCl_3$	5000—3125, 2941—1299, 1136—870[2)]	0,1
		5000—3226, 2941—2532, 2222—1587[2)]	1,0
Хлороформ-d_1[4)]	$CDCl_3$	5000—1000[2)]	0,1
		5000—3225, 2778—2439, 2000—1538[2)]	1,0
Дихлорметан[3)]	CH_2Cl_2	5000—1449, 1205—854, 625—200[2)]	0,1
		5000—3225, 2000—1538, 1111—1000, 625—500[2)]	1,0
Дихлорметан-d_2[3)]	CD_2Cl_2	5000—2500, 2000—1449, 1333—1177, 625—400[2)]	0,5
Бромоформ[3)]	$CHBr_3$	5000—3125, 2941—1250, 1111—800, 500—200	0,1
		5000—3125, 2941—1408, 1111—1000	1,0
Сероуглерод[4)]	CS_2	5000—2350, 2100—1600, 1400—410[2)]	0,1
		5000—2439, 2000—1666	1,0
		1351—909, 800—704 333—278, 238—36	2,0
Ацетонитрил	CH_3CN	5000—3225, 2778—2500, 2000—1587, 1299—1099, 1000—952, 909—787, 714—400[2)]	0,1
		5000—3333, 2000—1666, 1298—1141, 704—400[2)]	1,0
Ацетонитрил-d_3	CD_3CN	5000—2380, 2000—1250, 800—714, 645—400[2)]	0,1
		5000—3448, 1852—1333, 645—400[2)]	1,0
Ацетон	$(CH_3)_2CO$	3448—3125, 2703—1852, 1053—952, 885—813, 746—588[2)]	0,1
		3448—3225, 870—813, 746—606, 357—200[2)]	1,0
Диметилсульфоксид (ДМСО)	$(CH_3)_2SO$[5)]	5000—3333, 2703—1539, 1266—1149, 870—769, 645—200[2)]	0,1
Диметил-d_6 сульфоксид 1,4-диоксан	$(CD_3)_2$ SO[5)] $O(CH_2\text{-}CH_2)_2O$	5000—2381, 1961—1190, 606—400	0,1
		5000—3125, 2632—2040, 1923—1539, 800—666, 588—385	0,2
Вода	H_2O	5000—3846, 2857—1754, 1492—1000	0,025
Тяжелая вода	D_2O	5000—2778, 2000—1299	0,07

[1)] Обращение и хранение рекомендуется в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

[2)] Могут присутствовать некоторые полосы, но их поглощение легко компенсируется, если поместить растворитель в кювету переменной толщины в эталонном пучке, или путем спектрального вычитания с помощью компьютерных методов для использования полного диапазона.

[3)] Эти соединения разлагаются и часто стабилизируются с помощью небольшого количества такого вещества как этанол. Эти соединения взаимодействуют с аминами.

[4)] Сероуглерод взаимодействует с первичными и вторичными аминами, иногда бурно. Он крайне огнеопасен и токсичен.

[5)] При отсутствии плотной крышки захватывает H_2O из атмосферного воздуха.

Примечание — Пользователям этих таблиц рекомендуется регистрировать спектр любого использованного растворителя, поскольку незначительные загрязнения могут давать полное поглощение в изучаемой области при использовании ячеек с относительно длинной траекторией.

Обычно растворы готовят в диапазоне от 5 % до 10 % по массе или объему и встряхивают для однородности. Во избежание взаимного загрязнения с предыдущей пробой растворы переносят чистыми пипетками или шприцами, промытыми раствором и высушенными. Если спектр 10 % раствора содержит много полос, слишком интенсивных и широких для точного измерения частоты, можно использовать более тонкие кюветы или более разбавленный раствор.

Примечание — Перед использованием новые шприцы промывают. Предпочтение отдается изделиям из стекла. Если контейнеры, крышки, шприцы, пипетки и т. д. изготовлены из пластмассы, в качестве проверки на загрязнение необходимо использовать холостой опыт.

Спектр, полученный методом комбинации растворителей в кюветах толщиной до 1,0 мм, может быть скомпенсирован на все полосы растворителя для получения спектра самого образца. При использовании спектрометра, позволяющего хранить цифровые данные, необходимый спектр получают с помощью компьютерного вычитания сохраненных данных для растворителя из данных для раствора. Спектры CCl_4 и CS_2 можно представить на одной и той же распечатке в области от 4000 до 400 $см^{-1}$, либо можно отобразить отдельно область от 4000 до 1330 $см^{-1}$ для раствора в CCl_4 и от 1330 до 400 $см^{-1}$ для раствора в CS_2. Первый вариант предпочтителен, поскольку и на частоты, и на интенсивности полос разные растворители оказывают различное влияние (вследствие взаимодействия растворенного вещества с растворителем).

Раздельные спектры растворов допускается использовать без поправки на растворитель, однако требуется определять присутствующие полосы растворителя, если такие спектры сравнивают со спектрами, полученными как методом компенсации растворителя, так и с помощью компьютерного вычитания спектра растворителя. Могут быть использованы ИК-спектры растворов во всей области от 4000 до 400 $см^{-1}$, однако это не рекомендуется для растворов неизвестных веществ, поскольку важные спектральные данные могут быть скрыты поглощением растворителя. При использовании кювет толщиной 0,1 мм невозможно полностью компенсировать полосы полного поглощения, например, от 1400 до 1600 $см^{-1}$ для CS_2, от 730 до 800 $см^{-1}$ для CCl_4 и от 790 до 725 $см^{-1}$ для $CHCl_3$.

Примечание — При компенсации таких полностью поглощающих полос возможно скрытие полос поглощения образца.

Зачастую один и тот же ИК-спектр можно зарегистрировать, используя как 1 %-ные растворы в герметичных кюветах толщиной 1,0 мм, так и 10 %-ные растворы в кюветах толщиной 0,1 мм. Помехи от растворителей больше в случае с кюветами толщиной 1 мм (см. таблицу 4). В случаях прочной молекулярной связи, например, межмолекулярная водородная связь между молекулами раствора, ИК-спектры, полученные при анализе 1 %-ного раствора, будут отличаться от полученных при анализе 10 %-ного раствора в силу различных концентраций неассоциированных молекул растворенного вещества, а также различных концентраций димерных, тримерных, тетрамерных и т. д. молекул растворенного вещества с межмолекулярными водородными связями.

Явное преимущество дает регистрация ИК-спектров в ряде стандартных условий, например, в растворах концентрацией от 5 % до 10 % в герметичной кювете толщиной 0,1 мм. В будущем такой метод позволит легко провести приближенный количественный анализ по образцам, для которых максимальная точность не требуется. Кроме того, для качественного анализа, зарегистрированные спектры будут иметь сопоставимые интенсивности диапазонов, при условии использования идентичных концентраций и длин траекторий, а также настроек параметром измерительной аппаратуры.

Получение спектров, предназначенных для компьютерного поиска, следует проводить аккуратно. Обычно алгоритм поиска нормализует самые интенсивные полосы поглощения в спектре до произвольного уровня поглощения. По этой причине спектр раствора следует измерять с помощью такого сочетания концентрации/длины траектории, который обеспечивает величину коэффициента поглощения наиболее интенсивных полос растворенного вещества не более 1,0.

7.1.5.2 Анализ материалов, растворимых в летучих органических растворителях: использование одноразовых карточек

Многие твердые пробы растворяются в летучих органических растворителях, которые легко смачивают зону нанесения пробы ИК-прозрачного окна или одноразовой карточки. Могут использовать любые растворители, которые полностью растворяют изучаемые компоненты, являются достаточно летучими для быстрого испарения после нанесения образца, не взаимодействуют с образцом и с поверхностью, на которую наносится образец.

Примечание — В спектр, полученный с помощью одноразовой карточки, можно внести поправку на полосы поглощения полимера, чтобы получить спектр самого образца. При использовании спектрометра, позволяющего хранить цифровые данные, необходимый спектр получают с помощью компьютерного вычитания сохраненных данных для контрольной карточки (без образца) из данных для карточки с нанесенным образцом. Для выполнения манипуляций со спектральными данными при помощи компьютера, необходимыми для представления спектра на бумаге, следует обращаться к руководству изготовителя конкретной измерительной системы.

Раствор образца в соответствующем растворителе обычно готовится концентрацией 10 % по массе или объему или больше и встряхивается для достижения однородности. С помощью чистой пипетки или шприца капля раствора наносится в середину зоны нанесения образца. При необходимости образец можно распределить по поверхности основания с помощью тупого наконечника, например, одноразовой пипетки. Растворителю, используемому для растворения пробы, дают испариться, оставляя твердый или жидкий образец на поверхности нанесения образца. Во многих случаях используемые растворители испаряются достаточно быстро. Если необходимо сократить время испарения, можно использовать легкий поток чистого и сухого воздуха или азота по всей поверхности, или можно медленно нагреть карточку в печи или тепловой инфракрасной лампой в течение непродолжительного периода времени.

7.1.5.3 Анализ водных растворов: ячейки внутреннего отражения

Использовать воду в качестве растворителя для инфракрасного анализа не рекомендуется, поскольку она сильно поглощает излучение в большей части полезной средней ИК-области и агрессивно воздействует на многие материалы окон, часто используемых в жидкостных кюветах. Если анализ тех или иных материалов целесообразно проводить в виде водных растворов, можно использовать ячейки НПВО с достаточного небольшой глубиной проникновения излучения, чтобы обеспечить регистрацию спектров от ближней инфракрасной области примерно до 850 $см^{-1}$ (кроме интервалов примерно от 3800 до 2900 $см^{-1}$ и от 1700 до 1600 $см^{-1}$). Обычно эти ячейки имеют цилиндрическую или прямоугольную форму. Фон воды можно вычитать в спектрометрах с преобразованием Фурье и компьютеризированных дисперсионных измерительных приборах. Спектр раствора, полученный по настоящему методу, будет довольно сильно отличаться от спектра сухого растворенного вещества, поэтому для идентификации материалов, растворенных в воде, обычно требуется библиотека спектров водных растворов.

7.1.5.4 Анализ водосодержащих растворов: одноразовые карточки

Этот метод подходит для таких образцов как латексы, майонез и другие коллоидные или эмульсионные образцы. Во многих таких образцах также присутствует органический модификатор, например, поверхностно-активное вещество или органическая жидкость, которая облегчает смачивание зоны нанесения образца. В этих случаях каплю образца наносят на зону нанесения образца согласно 7.1.5.2 или распределяют согласно 7.1.4.

7.2 Анализ газообразных образцов

7.2.1 Использование простых газовых ячеек

Образцы, являющиеся газами при температуре и давлении окружающей среды, или даже жидкостями с давлением пара до 0,1 мм рт. ст. (~ 13 Па) при температуре окружающей среды, легко поддаются анализу ИК. Удовлетворительный для регулярного качественного определения спектр можно получить для большинства газов путем продувки, в вытяжном шкафу, в кювете малого объема (например, толщиной 1,3 мм) газообразным образцом для вытеснения воздуха, после чего запорные краны закрывают. Если необходимо обнаружить примеси в газообразном образце, могут использоваться кюветы большей толщины.

Для регистрации ИК-спектров газов часто используют стеклянные кюветы с длиной оптического пути от 5 до 10 см с окнами из KBr, CsI или другого подходящего материала. При использовании нескольких значений давления можно наблюдать форму как слабых, так и интенсивных полос. Форма и интенсивность полос в спектрах газовой фазы различаются в зависимости от общего давления и свойств разбавителя. Поэтому часто целесообразно получение спектров газа при определенном постоянном разбавлении инертным ИК-прозрачным газом, таким как азот, к примеру, при общем давлении 600 мм рт. ст. Этот аспект имеет особенно важное значение в случае проведения количественного анализа. На инфракрасные спектры молекул с прочной межмолекулярной водородной связью, например, карбоновых кислот (мономер-димер) давление и температура влияют особенно сильно.

Некоторые газы, такие как NO_2 или SO_2, взаимодействуют с галогенидами щелочных металлов. В этом случае в качестве материала окна необходимо использовать ZnSe или другое вещество, не под-

вергающееся воздействию SO_2 или NO_2, особенно если появляющиеся артефакты оказывают значительное влияние на спектр образца.

Для регистрации ИК-спектров газовой фазы в области от 500 до 50 см и менее можно использовать стеклянные кюветы с длиной оптического пути 10 см с окнами из полиэтилена низкого давления.

7.2.2 Использование многопроходных газовых кювет

Для регистрации ИК-спектров химических веществ с низким давлением паров при температурах окружающей среды необходимо использовать кюветы с большой длиной оптического пути. Такие же кюветы используют для обнаружения загрязняющих веществ (примесей) в воздухе или других газах с содержанием на уровне миллионных долей. В последнем случае присутствие H_2O и CO_2 в воздухе можно компенсировать, поместив аналогичную кювету, заполненную обычным воздухом, в эталонный луч, с соответствующим значением длины оптического пути. Для измерительных приборов с возможностью сохранения цифровых спектров, ту же ячейку можно использовать для получения эталонного спектра воздуха, после чего этот спектр вычитают из спектра образца. Стандартная длина оптического пути, используемая при анализе следовых количеств веществ, составляет 20 м. Для химических веществ с низким давлением паров при температурах окружающей среды необходимо сравнимое значение длины оптического пути.

Недостатком использования многопроходных кювет является то, что оптика находится в контакте с образцом, что может приводить к разрушению зеркал даже с золотым покрытием. Другой недостаток заключается в том, что некоторые образцы пристают к поверхности кюветы, которая имеет большую площадь, что приводит к влиянию на спектры последующих образцов. Для очистки кюветы зачастую требуется интенсивная продувка сухим воздухом или азотом с неоднократным вакуумированием. Осторожное нагревание с помощью тепловой лампы может также снизить эффект памяти. Кроме того, окна кюветы часто покрываются материалом, используемым для ее герметизации. Пренебрежение этими факторами может привести к получению ИК-спектров образца, загрязненного веществами от предыдущих опытов.

7.2.3 Использование обогреваемых газовых кювет

ИК-спектры газовой фазы твердых веществ и высококипящих жидкостей можно изучать при повышенной температуре (200 °С и выше) с помощью кювет со сравнительно небольшой длиной оптического пути (от 0,10 до 0,75 м). ИК-спектры, полученные этим методом, особенно полезны при определении газохроматографических фракций неизвестных материалов, поскольку большинство ГХ/ИК спектров удобно регистрировать при высоких температурах.

Во избежание регистрации ИК-излучения от горячих образцов при получении ИК-спектров при высокой температуре с использованием дисперсионного спектрометра необходимо, чтобы ИК-излучение от источника прерывалось перед образцом. Если не используются крайне высокие температуры, как правило, это не вызывает проблем при использовании ИК-Фурье-спектрометра, при условии, что образец устанавливают между интерферометром (прерывателем по волновому числу) и детектором.

7.3 Материалы, растворимые в воде

7.3.1 Вещества, растворенные в воде, иногда можно определять непосредственно, получая спектр пленки водного раствора между пластинами из AgCl или AgBr или в кювете фиксированной толщины с окнами из CaF_2 или BaF_2. Поглощение водой при этом скрывает большую часть полезной области инфракрасного спектра, поэтому в этом случае может быть необходимо разделение раствора.

7.3.2 Спектры поглощения водных растворов могут быть получены методом НПВО (см. 5.10).

7.3.3 Водный раствор испаряют до сухого состояния, а остающееся вещество анализируют с помощью метода прессования таблеток (см. 5.3) или суспензий (см. 5.4). К неорганическим соединениям, определяемым с помощью этого метода, обычно относятся карбонаты, фосфаты или сульфаты. Нелетучие органические соединения, растворимые в CCl_4 и CS_2, затем анализируют с помощью метода, указанного в 7.1.5.1.

7.3.4 Один из методов идентификации веществ, растворенных в воде, состоит в экстракции подходящего объема раствора соответствующим растворителем (9 мл раствора на 1 мл экстрагента). Неводный (*обычно* нижний) слой отделяют и подсаливают порошком NaCl для удаления воды. Затем раствор помещают в герметичную кювету из KBr толщиной 0,1 или 10 мм или наносят на одноразовую карточку, согласно 7.1.2.

7.4 Газохроматографические фракции — интерактивный метод (ГХ/ИК)

При использовании ИК-Фурье-спектрометра можно получать спектры поглощения газовой фазы веществ на выходе из газового хроматографа.

7.5 Фракции жидкостной хроматографии (ЖХ/ИК)

Поток жидкой фазы из жидкостного хроматографа можно анализировать с помощью инфракрасной спектроскопии. Экспериментальные методы описаны в ГОСТ Р 57939.

8 Особые виды анализа

8.1 Воздействие на материалы температуры

ИК-спектры вещества, полученные в диапазоне температур, полезны при определении молекулярной структуры. В рамках таких исследований с изменением температуры необходимо использовать спектрометр, который не модулирует ИК-излучение от образца. (Обычно это не вызывает проблем при использовании ИК-Фурье-спектрометра). Потребуется подходящее приспособление, позволяющее изменять температуру образца.

Примечание — Воздействие на материалы температуры также исследуется в методе эмиссионной спектроскопии, см. 8.4.

Этот метод можно использовать для получения ИК-спектров синтетических полимеров и биомембран в кристаллическом и аморфном состояниях, а иногда и для определения изменений межмолекулярных связей между полимерными цепями, которые влияют на их физические свойства. Можно изучать переходы в другие кристаллические модификации при изменении температуры, а также изменения из жидкого состояния в твердое аморфное или кристаллическое состояние.

Эксперименты при изменении температуры имеют важное значение в определении того, являются ли определенные пары полос результатом присутствия поворотных изомеров в газовой или жидкой фазе, или при полном описании колебаний для определения того, является ли одна или несколько полос в спектре предположительно тепловой (интенсивность полосы будет увеличиваться при повышении температуры). Эти эксперименты также помогают различать пары полос, возникающие в результате резонанса Ферми, от полос, обусловленных поворотными изомерами, поскольку соотношение интенсивностей полос для поворотных изомеров зависит от температуры. Концентрация менее стабильных поворотных изомеров будет увеличиваться с повышением температуры. При качественном и количественном анализе контроль температуры имеет очень большое значение, поскольку для таких материалов как сероуглерод и полистирол и частоты полос, и их интенсивность зависят от температуры.

При проведении экспериментов с изменением температуры тепло, присутствующее в образце и держателе образца, может стать причиной проблем в результате инфракрасного излучения внутри спектрометра.

В большинстве ИК-Фурье-спектрометров образец располагается после интерферометра, и это излучение воздействует на детектор как немодулированный сигнал. Оно вызывает смещение постоянного тока сигнала (интерферограммы), и может быть достаточного мощным, чтобы заглушить сигнал детектора. В рамках эксперимента с ограничением по шуму, например, ГХ/ИК, в котором используется нагретый световод, этот аспект приобретает большое значение.

Кроме того, некоторая часть излучаемой энергии перемещается в направлении интерферометра, и незначительная его часть отражается вдоль пучка образца после модуляции в интерферометре. Это может приводить к возникновению ложных сигналов в спектре образца, поскольку излучение не совпадает по фазе с нормальным источником. В целом этот эффект оказывает слабое воздействие, но может стать существенной проблемой при изучении газов при высокой температуре, поскольку окно кюветы становится ярким источником излучения, а вращательные спектры газа могут содержать резкие линии поглощения, чувствительные к фазе. В этом случае некоторые полосы могут выглядеть как производная отрицательного пика.

При использовании приборов некоторых других конструкций образец может располагаться перед интерферометром. В этом случае излучение образца/кюветы модулируются интерферометром вместе с исходным сигналом.

8.2 Использование оптико-акустической спектроскопии

Для выполнения испытания по данному методу ИК-система должна быть оборудована оптико-акустическим детектором. Этот метод позволяет эффективно исследовать материалы в любом физическом состоянии. Модулированное ИК-излучение, поглощенное образцом, преобразуется в тепловые волны в пределах образца. Эти тепловые волны преобразуются в акустические волны на поверхности раздела газ-твердое вещество или газ-жидкость, либо в самом газе. Акустические частоты зависят от частоты модуляции измерительного прибора. Чем ниже частота модуляции, тем больше глубина проникновения в образец.

Оптико-акустические спектры можно получить с помощью двух различных типов ИК-Фурье-спектрометров. Обычный, быстро сканирующий спектрометр регистрирует спектр с глубиной проникновения луча, зависящей от длины волны сигнала, а также частоты модуляции интерферометра. Использование интерферометра пошагового сканирования позволяет использовать единую частоту модуляции, в результате чего глубина проникновения во всем диапазоне спектра одинакова. Изменение этой частоты модуляции приводит к наблюдению различных глубин проникновения, что означает, что спектры можно получать с последовательным углублением в поверхность (профилирование по глубине).

8.3 Пиролиз

Этот метод предполагает быстрое нагревание образца в специальной ячейке и анализ газообразных продуктов разложения. Инфракрасный спектр, полученный для пиролизата, может быть сложным, поскольку анализируемые пары могут включать в себя множество фрагментов, образующихся в результате распада исходного образца.

Применение метода инфракрасной пиролизной спектроскопии лучше всего рассматривать в качестве весьма ценной, но крайней меры. Он имеет большое значение, поскольку может использоваться для получения спектров пиролизатов неподатливых образцов, например, нерастворимых термореактивных пластмасс и угленаполненных сшитых эластомеров. Полученные продукты пиролиза, тем не менее, не могут характеризовать все компоненты образца, а образец не может давать такой же спектр при последовательных испытаниях. Некоторые компоненты смеси или сополимера можно полностью упустить.

Пиролиз — это метод анализа, чувствительный к способу выполнения. В связи с этим для выполнения анализа необходимо внимательно провести стандартизацию системы с очень высокой повторяемостью. Согласованность системы образцов неизбежно означает, что образцы являются одинаковыми, включая концентрацию угольного наполнителя, неорганического наполнителя или тип неорганического наполнителя, или сочетание этих параметров.

Для определения составов полимеров желательно, чтобы установки для пиролиза были вакуумируемыми, с возможностью регулировки температуры и времени, а также позволяли проводить отбор как газообразных, так и конденсированных продуктов пиролиза. Установки для пиролиза, отвечающие этим требованиям, являются коммерчески доступными.

8.4 Эмиссионная спектроскопия

Используя имеющиеся в продаже приспособления, конструкцию некоторых спектрометров можно изменить для измерения ИК-спектров образцов методом эмиссионной спектроскопии. В этом случае нормальный источник инфракрасного изучения либо удаляется, либо экранируется. Устанавливается оптика, переносящая излученную образцом энергию в интерферометр. Затем для регистрации спектра одного пучка излучаемого сигнала используют стандартные функции измерительного прибора.

Профиль общей энергии излучаемого сигнала сопоставим с профилем излучения черного тела для материала и, таким образом, зависит от температуры образца. Часто полезно измерить относительный спектр излучения, используя спектр технического углерода, зарегистрированный в аналогичных условиях испытания. Технический углерод по характеру излучения считается близким к абсолютно черному телу. Также можно построить теоретические кривые черного тела для сравнения. Сравнение теоретических и экспериментальных кривых черного тела показывает поглощение прибора, накладывающееся на спектр.

Этот метод является ценным при измерении спектра образцов при повышенных температурах, поскольку излучение черного тела (с точки зрения интенсивности и частоты максимальной интенсивности) увеличивается при повышении температуры. Если температура образца достаточно высока, выше приблизительно 100 °С, для измерения сигнала можно использовать пироэлектрический детектор комнатной температуры ДТГС. При более низкой температуре требуется детектор КРТ с охлаждением жидким азотом, обеспечивающим подходящий перепад температур между образцом и детектором. Существуют сведения о получении спектров испускания материалов при комнатной температуре, однако в основном они имеют малую интенсивность и демонстрируют весьма низкую энергию испускания выше около 1500 $см^{-1}$.

Эмиссионная спектроскопия может использоваться для получения ИК-спектров из тонких пленок, покрытий и одиночных волокон, а также массивных материалов. В случае покрытия на поверхности сильного излучателя наблюдаемый спектр иногда получают путем повторного поглощения энергии черного тела, излучаемой основной частью, благодаря чему он демонстрирует характеристики, схожие со спектром пропускания.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ

ДБ.1

1 Область применения

1.2 Величины, указанные в единицах СИ, считаются стандартными. Другие единицы измерения в настоящем стандарте не используются.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специализированные меры предосторожности приведены в п. 6.5.1

Примечание — Исключение данных подразделов обусловлено тем, что они носят поясняющий или рекомендательный характер.

ДБ.2

4 Значение и применение

4.1 Инфракрасная спектроскопия является наиболее распространенным методом определения органических и неорганических материалов. В настоящем стандарте описаны методы правильного применения инфракрасной спектроскопии.

Примечание — Исключение раздела обусловлено тем, что он носит поясняющий или рекомендательный характер.

ДБ.3

9 Анализ полимеров

Примечание — Общие методы ИК-анализа полимеров описаны в (8) и (34). Подборки полимерных спектров можно найти по ссылкам (10—14).

9.1.3 В Практических указаниях АСТМ Е573 приведено подробное описание метода спектроскопии внутреннего отражения (СВО).

Примечание — Исключение данных пунктов обусловлено тем, что они носят поясняющий или рекомендательный характер.

ДБ.4

11.2 Использование оптико-акустической спектроскопии

11.2.3 Теоретические и экспериментальные аспекты оптико-акустической спектроскопии были подробно описаны (24—44), а оптико-акустические ячейки, разработанные специально для ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье, находятся в свободной продаже. Заинтересованным в применении этого метода рекомендуется ознакомиться с описаниями ОАС/ИК спектроскопии с преобразованием Фурье твердых и жидких веществ (45, 46).

Примечание — Исключение данного пункта обусловлено тем, что он носит поясняющий или рекомендательный характер.

ДБ.5

Таблица 2 — Данные, полученные по ИК-спектрам, зарегистрированным в Аналитических лабораториях, подразделения измерительной аппаратуры, Dow Chemical Company, Мидленд, штат Мичиган.

Примечание — Исключение данного предложения обусловлено тем, что оно носит справочный характер.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта			Структура стандарта АСТМ Е1252-98(2013)е1		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1	—	—	1	1.1	—
—	—	—		1.2—1.3*	—
2	—	—	2	2.1	—
3	—	—	3	3.1	—
—	—	—	4**	4.1	—
4	4.1—4.5	—	5	5.1—5.5	—
5	5.1	—	—	—	—
	5.2—5.10	—	7	7.1—7.9	—
	5.11	—	—	—	—
6	6.1—6.5	—	9	9.1—9.5	—
7	7.1	7.1.1—7.1.5	6	6.1—6.5	—
	7.2	7.2.1—7.2.3	8	8.1—8.3	—
	7.3	—	10	10.1	—
	7.4	—		10.2	—
	7.5	—		10.3	—
8	8.1—8.4	—	11	11.1—11.4	—
—	—	—	12*	12.1	—
Приложения		ДА	Приложения		—
		ДБ			—
		ДВ			—

* Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения размещены в других разделах настоящего стандарта.

** Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения носят поясняющий или рекомендательный характер.

Приложение ДВ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте ASTM

Таблица ДВ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного и национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта ASTM
ГОСТ 27176—86	NEQ	ASTM E131 «Молекулярная спектроскопия. Терминология»
ГОСТ Р 57939	MOD	ASTM E334 «Стандартная практика общих методов инфракрасного микроанализа»
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированный стандарт; - NEQ — неэквивалентный стандарт.		

УДК 678.01:536.468:006.354 ОКС 13.220.40

Ключевые слова: композиты полимерные, инфракрасная спектроскопия, качественный анализ

БЗ 12—2017/74

Редактор *А.А. Кабанов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 14.11.2017. Подписано в печать 29.11.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95. Тираж 24 экз. Зак. 2470.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru