



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СПЕКТРОМЕТРИЯ ИНФРАКРАСНАЯ

Метод получения инфракрасных спектров для качественного анализа

СТ РК АСТМ Е 1252-2011

*ASTM E 1252:98 (2007) Standard Practice for General Techniques for
Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis (IDT)*

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на стандарте ASTM E 1252:98 (2007) «Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis», авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел.

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

Астана

Предисловие

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

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

3 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту США ASTM E 1252:98 (2007) Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis (Стандартный метод основной техники получения инфракрасных спектров для качественного анализа), авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел.

ASTM E 1252 разработан подкомитетом E13.03 «Практическая инфракрасная спектроскопия» Комитета АСТМ E13 «Научная молекулярная спектроскопия и разделения».

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

Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам, приведены в дополнительном Приложении Д.А.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2016 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СПЕКТРОМЕТРИЯ ИНФРАКРАСНАЯ

Метод получения инфракрасных спектров для качественного анализа

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на основные методы получения инфракрасных спектров в диапазоне от 40 см^{-1} до 50 см^{-1} . Настоящий стандарт устанавливает методики для качественного анализа образцов в жидкой, твердой и парообразной фазе инфракрасными спектрометрическими методами, в которых количество образца, доступного для анализа не является ограничивающим показателем. Указанные методы также пригодны для регистрации спектров на частотах более 4000 см^{-1} , в ближней ИК – области спектра.

Настоящий стандарт не устанавливает требований, связанных с безопасностью применения настоящего метода. Необходимые требования по безопасности, охране здоровья и соответствующие ограничения устанавливает пользователь настоящего стандарта. Особые требования к мерам предосторожности приведены в 6.5.1.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

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

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

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

ASTM E 334-01 (2007)* Standard Practice for General Techniques of Infrared Microanalysis (Инструкции для общих методов инфракрасных микроанализов).

ASTM E 573-01 (2007)* Standard Practices for Internal Reflection Spectroscopy (Стандартный метод испытаний для спектроскопии внутреннего отражения).

ASTM E 932-89 (2007)* Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Dispersive Infrared Spectrometers (Стандартный метод испытаний для проведения описания и измерения дисперсионных инфракрасных спектрометров).

ASTM E 1421-99 (2009)* Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Fourier Transform Mid Infrared (FT MIR) Spectrometers: Level Zero and Level One Tests (Стандартный метод испытаний для проведения описания и измерения спектрометров с Фурье преобразованием в средней области спектра (FT-MIR): испытания уровня 0 и уровня 1).

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

ASTM E 1642-00 (2010)* Standard Practice for General Techniques of Gas Chromatography Infrared (GC/IR) Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методов газовой хроматографии -инфракрасного анализа (GC/IR).

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины по ASTM E 131.

4 Назначение и применение

4.1 Инфракрасная спектроскопия – метод определения органических и неорганических материалов.

5 Общие сведения

5.1 Инфракрасный (ИК или IR) качественный анализ проводится идентификацией функциональной группой [1-3] или сравнением спектров поглощения в ИК области спектра неизвестных материалов (веществ) со спектрами поглощения в ИК области спектра известных материалов, или же и тех и тех. Указанные спектры получают [4-8] посредством пропускания (передачи), отражения, или других методов, как например, фотоакустическая спектроскопия (PAS). Спектры, которые должны быть сравнены, следует получать таким же методом и при таких же условиях. Пользователи опубликованных эталонных спектров [9-16] должны быть осведомлены о том, что не все из этих спектров полностью утверждены.

5.1.1 Имеются в продаже приборы и вспомогательное оборудование для проведения инфракрасного качественного анализа. Следует придерживаться руководства по эксплуатации от изготовителя для обеспечения оптимальных условий эксплуатации и безопасности.

5.2 Спектры пропускания получают путем размещения тонкого однородного слоя образца, перпендикулярно пути инфракрасного излучения (см. исключение в 9.5.1 с целью устранения интерференционных полос для тонких пленок). Толщина образца должна быть достаточной, для того, чтобы вызвать уменьшение мощности излучения, достигающего приемника (детектора) на частотах поглощения, используемого в анализе.

Для получения наилучших результатов, спектральная поглощательная способность самых прочных полос должна быть в диапазоне от 1 до 2, а некоторые полосы должны иметь спектральную поглощательную способность 0,6 единиц или более. Из настоящего обобщения имеются исключения, которые основываются на полярности измеряемых молекул. Например, насыщенные углеводороды неполярные и их распознающие (идентифицирующие) полосы не достаточно прочны, если только участок C-H в 2920 см^{-1} не является непроницаемым и полосы деформации не находятся в диапазоне от 1,5 единиц до 2,0 единиц пропускания (A) при диапазоне от 1440 см^{-1} до 1460 см^{-1} . Для проведения достоверного анализа могут потребоваться спектры с различными количествами образца в

пути излучения. При идентификации спектров приведением кривой в соответствие с помощью компьютера, оптическая плотность (спектральная поглощательная способность) самой прочной полосы должна быть менее 1; в противном случае, влияние функции формы линии прибора приведет к ошибкам в относительной интенсивности полос в спектрах, измеренной дисперсионными спектрометрами и спектрометрами Фурье-преобразования в ИК области (FT-IR) с определенными функциями аподизации. (особенно трехсторонней).

5.2.1 Методики для получения спектров пропускания меняются в зависимости от состояния образца. Для большинства образцов, кроме отдельно стоящих тонких пленок, требуются окна, прозрачные для ИК - излучения или матрицы, содержащие образец. В Таблице 1 описываются свойства материалов, применяемых для ИК окон. Выбор материала окна зависит от области ИК спектра, который нужно использовать для анализа, от отсутствия помех для образца, и достаточной долговечности данного типа образца.

5.3 На такие характеристики спектров отражения, как пропускание и/или отражение, оказывают влияние показатели преломления среды и технические помехи. Интерпретация спектра должна основываться на эталонах, исследуемых при тех же экспериментальных условиях. В частности, следует понимать, что спектр поверхности образца, зарегистрированный отражением, часто будет отличаться от спектра материала навалом (сыпучего материала), как зарегистрировано спектроскопией пропускания. Химия поверхности часто отличается от химии навала вследствие показателей, таких как, поверхностное окисление, миграция изотопов с навала на поверхность, и возможное наличие поверхностных загрязняющих веществ. Некоторые измерения поверхности чрезвычайно чувствительны к небольшим количествам материалов, присутствующих на поверхности, тогда как спектроскопия пропускания относительно нечувствительна к этим второстепенным компонентам.

5.3.1 Спектры отражения, получаемые в четырех конфигурациях (пространственных расположениях):

5.3.1.1 Зеркальное отражение (7.5);

5.3.1.2 Диффузное отражение (7.6);

5.3.1.3 Отражение - поглощение (7.7);

5.3.1.4 Внутреннее отражение (7.9). Ссылаться на ASTM E 573. Метод также называется Атенуированным общим отражением;

5.3.1.5 Отражение угла скольжения;

5.4 Фотоакустические ИК спектры (11.2);

5.5 Эмиссионная спектроскопия (11.4);

Методы испытаний и методики

6 Анализ жидкостей

6.1 Фиксированные ячейки

Для жидких невязких или маловязких образцов используют герметичную ячейку фиксированных размеров. Изготовленные из разнообразных материалов и с различными длинами пути. Длина пути составляет от 0,01 мм до 0,2 мм. Для дополнительной информации по выбору материалов ячейки и длины пути см. 5.2.

6.2 Капиллярные пленки

Некоторые жидкости слишком вязкие, чтобы их можно было помещать или вытеснять из запечатанной ячейки. Исследование вязких жидкостей выполняется путем размещения одной или нескольких капель в центр плоского окна. Затем другое плоское окно устанавливается сверху жидкости. Применяют давление для того, чтобы получить капиллярную пленку без пузырей, покрывающую площадь, достаточно большую, чтобы весь луч излучения проходил через эту пленку. Толщина пленки регулируется величиной прилагаемого давления и вязкостью жидкости. Капиллярная пленка, приготовленная таким образом, имеет длину пути 0,01 мм. Летучие вещества и очень жидкие вещества могут быть потеряны пленкой, приготовленной таким образом. Когда требуется большая длина пути для получения полезного спектра, можно использовать съемные прокладки.

6.3 Спектроскопия внутреннего отражения (IRS)

Вязкие материалы можно намазать с одной или с обеих сторон элемента внутреннего отражения (IRE). Для подробной информации об этой методике см. ASTM E 573.

6.4 Одноразовые перфорационные карты

Их можно использовать для получения спектров нелетучих жидкостей. Очень маленькая капля, менее 10 мкл жидкости, используется возле края области применения образца. Если образец не течет с легкостью через поверхность подложки, то его можно распылить при использовании соответствующего инструмента. Образец необходимо наносить тонким слоем, полностью покрывающим площадь, достаточно большую, чтобы луч полного излучения проходил через образец. Отмечают, что любые летучие компоненты смеси будут потеряны в этом процессе, что может означать, что использование одноразовой перфорационной карты является неудачным вариантом для таких систем.

6.5 Метод решения

6.5.1 Анализ материалов, растворимых в растворителях, прозрачных для инфракрасной (IR) области спектра. Метод разведения растворителя

Многие твердые и жидкие образцы растворяются в растворителях, которые прозрачны в части инфракрасной спектральной области. Список растворителей, используемых в получении спектров растворения, представлен в Таблице 2. Выбор растворителей зависит от нескольких факторов. Изучаемый образец должен иметь соответствующую растворимость и не должен реагировать с растворителем, а растворитель не должен иметь соответствующие области пропускания, которые способствуют получению полезного спектра. Часто можно подобрать сочетания растворителей и веществ окна, что позволит получению набора качественных спектров в жидкой фазе по всей ИК области. В одном из примеров настоящего стандарта «расщепленного растворителя» в качестве растворителей используются тетрахлорид углерода (CCl_4) и сероуглерод (CS_2).

ПРИМЕЧАНИЕ Так как CCl_4 так и CS_2 - токсичны; хранить их следует в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу. Использование этих растворителей запрещено во многих лабораториях. К тому же, CS_2 является чрезвычайно огнеопасным; в этой связи хранить его необходимо вдали от источников возгорания, даже паровой бани. Более того, CS_2 вступает в реакцию (иногда бурно) с первичными и вторичными алифатическими аминами и не должен использоваться в качестве растворителя для этих соединений. Аналогично, CCl_4 реагирует с металлом алюминием. В зависимости от условий, как например, температура и размер частиц, реакция была необратимо бурной.

6.5.1.1 Поглощение тетрахлоридом углерода незначительно в пределах от 4000 см^{-1} до 1330 см^{-1} и сероуглеродом в пределах от 1330 см^{-1} до 400 см^{-1} в ячейках $0,1 \text{ мм}$ толщиной (могут быть использованы другие растворители). Растворители готовятся в диапазоне от 5 % до 10 %, объема/веса, их встряхивают для обеспечения однородности. Растворы переносят с помощью чистых пипеток или шприцов, которые очищены растворителем и высушены во избежание перекрестного загрязнения предшествующим образцом. Если спектр 10 % раствора содержит много полос, которые слишком глубокие и широкие для точного измерения частот, то должны использоваться более тонкие ячейки или более разбавленный раствор.

ПРИМЕЧАНИЕ Новые шприцы перед использованием следует дезинфицировать. Стекло является предпочтительным материалом. Если используют пластмассовые контейнеры (емкости), крышки, шприцы, пипетки, и тому подобное, то в качестве проверки загрязнения необходим аналитический контроль.

Таблица 1 - Свойства материалов окна (в порядке длинноволновой границы)

Материал окна	Химический состав	Диапазон границы ^A		Диапазон полезного пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	В (\approx мкм)	Замечания
		(мкм)	(см^{-1})	(мкм)	(см^{-1})				
Стекло	SiO_2	$\approx 2,5$	≈ 4000	0,35 - 2	28570-5000	не растворяется	1,5-1,9	4,5	HF, щелочь ^B
Кварц (расплавленный)	SiO_2	$\approx 3,5$	≈ 2857	0,2 - 4	50000-2500	не растворяется	1,43	4,5	HF ^B
Нитрат кремния	Si_3NO_4			0,3 - 4,5	33000-2200				
Карбид кремния	SiC			0,6 - 5	16600-2000				
Кальцит	CaCO_3			0,2 - 5	50000-2000		1,65, 1,5	0,589 ^C	Вступает в реакцию с кислотами
Сапфир	Al_2O_3	$\approx 5,5$	≈ 1818	0,2 - 5,5	50000-1818	не растворяется	1,77	0,55	Хорошая прочность, без разрывов (связи)
ALON	$9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{AlN}$			0,2 - 5,5	50000-1700		1,8	0,6	Хорошая прочность, без разрывов (связи)
пинель	MgAl_2O_4			0,2 - 6	50000-1600		1,68	0,6	
Титанат Стронция	SrTiO_3			0,39 - 6	25000-1700	не растворяется	2,4		HF ^B
Диоксид титана	TiO_2			0,42 - 6	24000-1700	не растворяется	2,6-2,9		H_2SO_4 и щелочь ^B
Фторид лития	LiF	$\approx 6,0$	≈ 1667	0,2 - 7	50000-1429	слегка растворяется	1,39	1,39	КислотаВ
Двуокись циркония	ZrO_2			0,36 - 7	27000-1500	не растворяется	2,15		HF и H_2SO_4 В

Таблица 1 (продолжение)

Материал окна	Химический состав	Диапазон границы ^A		Диапазон полезного пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	В (≈ мкм)	Замечания
		(мкм)	(см ⁻¹)	(мкм)	(см ⁻¹)				
Кремний	Si			0,5 - 7 и 10-FIR	6600-1430	не растворяется	3,4	11,0	Вступает в реакцию с HF, щелочью ^D
Оксид иттрия	Y ₂ O ₃			0,25 - 8	40000-1250		1,9	0,6	
Оксид иттрия (с примесью лантана)	0,09La ₂ O ₃ ·0,91Y ₂ O ₃			0,25 - 8	40000-1250		1,8	0,6	
IRTRAN I ^E	MgF ₂			2 - 8	50000-1250	слегка растворяется	1,3	6,7	HNO ₃ ^B
Оксид магния	MgO			0,4 - 8	25000-1300	Не растворяется	1,6	5	Кислота и соли NH ₄ ^B
Фторит	CaF ₂	≈ 8,0	≈ 1250	0,2 - 10	50000-1000	не растворяется	1,40	8,0	Соль амина и соли NH ₄ ^B
Фторид стронция	SrF ₂			0,13 - 11	77000-909	слегка растворяется	1,4		
IRTRAN III ^E	CaF ₂			0,2 - 11	50000-909	не растворяется			
Фосфид галлия GaP	GaP			0,5 - 11	20000-910		1,34	5,0	Полукристалл, без разрывов
Фторид свинца	PbF ₂			0,3 - 12	3450 - 833		1,7	1	
Сервофракс ^F	As ₂ S ₃			1 - 12	10000-833	Не растворяется Слегка растворяется (горячий)	2,59	0,67	Щелочь ^B , смягчается при 195 ⁰ C
Фторид бария	BaF ₂	≈ 11	≈ 909	0,2 - 13	50000-769	Не растворяется	1,45	5,1	
AMTIR	GeAsSe стекло			0,9-14	11000-725	Не растворяется	2,5	10	Твердый, хрупкий, разрушается щелочью, хороший материал ATR

Таблица 1 (продолжение)

Материал окна	Химический состав	Диапазон границы ^A		Диапазон полезного пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	В (≈мкм)	Замечания
		(мкм)	(см ⁻¹)	(мкм)	(см ⁻¹)				
IRTRAN II ^E	ZnS			1-14	10000-714	Не растворяется	2,24	5,5	Не растворяется большинством растворителей
Фосфорид индия	InP			1-14	10000-725				
Фторид калия	KF			0,16-15	62500-666	Растворяется	1,3	0,3	Легко растворяется за счет поглощения влаги: не рекомендуется для регулярного использования
Каменная соль	NaCl	≈ 16	≈ 625	0,2-16	50000-625	Растворяется	1,52	4,7	Растворяется в глицерине ^G
Сульфид кадмия	CdS			0,5-16	20000-625				
Триселен ид мышьяка	As ₂ Se ₃			0,8 - 17	12500-600	Слегка растворяется	2,8		Растворяется в основаниях
Арсенид галлия	GaAs			1 - 17	10000-600	Не растворяется	3,14		Слегка растворяется в кислотах и основаниях
Германий	Ge			2 - 20	5000-500	Не растворяется	4,0	13,0	
Сильвин	KCl			0,3 - 21	33333-476	Растворяется	1,49	0,5	Растворяется в глицерине ^G
IRTRAN IV ^E	ZnSe			1 - 21	10000-476	Не растворяется	2,5	1,0	Поликристалл
Бромид натрия	NaBr			0,2 - 23	50000-435	Растворяется	1,7	0,35	
Йодид натрия	NaI			0,25 - 25	40000-400	Растворяется	1,7	0,5	

Таблица 1 (продолжение)

Материал окна	Химиче- ский состав	Диапазон границы ^А		Диапазон полезного пропускания		Раство- римость в воде	Показ а-тель прело м- ления	В (≈мк м)	Замеча- ния
		(мкм)	(см ⁻¹)	(мкм)	(см ⁻¹)				
Хлорид серебра	AgCl	≈ 22	≈ 455	0,6 - 25	166667- 400	Не растворя ется	2,0	3,8	Мягкий, темнеет на свету ^Н , вступает в реакцию с металлами
Бромид калия	KBr	≈ 25	≈ 400	0,2 - 27	50000- 370	Раствор яется	1,53	8,6	Растворяет ся в спирте; становится мутным
Теллурид кадмия	CdTe	≈ 28	≈ 360	0,5 - 28	20000- 360	Не растворя ется	2,67	10	Кислоты, HNO ₃ ^В
Хлорид таллия	Tl ₂ ClBr			0,4 - 30	25000- 310	Слегка растворя ется	2,2	0,75	Токсичен
KRS-6	Tl ₂ ClBr	≈ 35	≈ 286	0,4 - 32	25000- 310	Слегка растворя ется	2,0 - 2,3	0,6 - 24	Токсичен
Бромид серебра	AgBr	≈ 35	≈ 286	2-35	5000- 286	Не растворя ется			Мягкий, темнеет на свету ^Н , вступает в реакцию с металлами
KRS-5	Tl ₂ BrI	≈ 40	≈ 250	0,7-38	14286- 263	Слегка растворя ется	2,38	4,0	Токсичен, мягкий, растворяет ся в спирте, HNO ₃ ^В
Бромид цезия	CsBr	≈ 35	≈ 286	0,3-40	33333- 250	Раствор яется	1,66	8,0	Мягкий, становится мутным, растворяет ся в спиртах
Йодид калия	KI			0,15-45	66600- 220				
Бромид таллия	TlBr			0,45-45	22000- 220	Слегка растворя ется	2,3	0,6- 25	Токсичен
Йодид цезия	CsI	≈ 52	≈ 192	0,3-50	33330- 220	Раствор яется	1,74	8,0	

Таблица 1 (продолжение)

Материал окна	Химический состав	Диапазон границы ^A		Диапазон полезного пропускания		Растворимость в воде	Показатель преломления	В (≈мкм)	Замечания
		(мкм)	(см ⁻¹)	(мкм)	(см ⁻¹)				
Полиэтилен с малой плотностью	(CH ₂ CH ₂) _n			20-220	500 - 45	Не растворяется	1,52		Очень мягкий, органические жидкости проникают в полимер при температуре внешней среды,
Тип 61 ¹	(CH ₂ CH ₂) _n				5000 - 45	Не растворяется	1,52		Смягчается при 90 ⁰ С
Тип 62 ¹	(CF ₂ CF ₂) _n ¹			2-220	5000-45	Не растворяется	1,52		Пригоден до 200 ⁰ С в течение короткого времени
Алмаз	^J			2-4 и 6-300	4500-2500 и 1667-33	Не растворяется	2,4	10	K ₂ Cr ₂ O ₇ , H ₂ SO ₄ ^B

^A Диапазон границы определяется как диапазон частоты, в пределах которого пропускание образца толщиной 2 см, превышает 0,5. FT-IR спектрометры могут работать за пределами этого диапазона.

^B С чем вступает в реакцию

^C Обыкновенные и необыкновенные лучи.

^D Предел длинных волн зависит от чистоты.

^E Торговая марка Eastman Kodak Co.

^F Торговая марка Servo Corp of America.

^G Материал окна будет вступать в реакцию с некоторыми неорганическими веществами (например, SO₂, HNO₃, Pb(NO₃)₂).

^H Эти материалы, когда их не используют, следует хранить в темном месте, и не следует размещать так, чтобы они контактировали с металлическим корпусом.

¹ Торговая марка 3M.

^J Микропористый политетрафторэтилен.

Таблица 2 – Используемые ИК растворители

Соединение	Строение	Окна пропускания (см ⁻¹)	Длина пути (мм)
Тетрахлорид углерода	CCl ₄	5000-909,666-36	0,1
		5000-1316 (поглощение ≈1666-1429)	0,1
		5000-1666,1499-1299	1,0
		250-36	2,0
Тетрахлорэтилен	C ₂ Cl ₄	5000-1042	0,1
		5000-1408	1,0
Хлороформ	CHCl ₃	5000-3125, 2941-1299, 1136-870	0,1
		5000-3226, 2941-2532, 2222-1587	1,0
Хлороформ-d ₁	CDCl ₃	5000-1000 см ⁻¹	0,1
		5000-3225, 2778-2439, 2000-1538	1,0
Метиленхлорид	CH ₂ Cl ₂	5000-1449, 1205-854, 625-200	0,1
		5000-3225, 2000-1538, 1111-1000, 625-500	1,0
Метиленхлорид-d ₂	CD ₂ Cl ₂	5000-2500, 2000-1449, 1333-1177, 625-400	0,5
Бромоформ	CHBr ₃	5000-3125, 2941-1250, 111-800, 500-200	0,1
		5000-3125, 2941-1408, 1111-1000	1,0
Сероуглерод	CS ₂	5000-2350, 2100-1600, 1400-410	0,1
		5000-2439, 2000-1666,	1,0
		1351-909, 800-704	2,0
		333-278, 238-36	
Ацетонитрил	CH ₃ CN	5000-3225, 2778-2500, 2000-1587, 1299- 1099, 1000-952, 909-787, 714-400	0,1
		5000-3333, 2000-1666, 1298-1141, 704-400	1,0
Ацетонитрил-d ₃	CD ₃ CN	5000-2380, 2000-1250, 800-714, 645-400	0,1
		5000-3448, 1852-1333, 645-400	1,0
Ацетон	(CH ₃) ₂ CO	3448-3125, 2703-1852, 1053-952,885-813, 746-588	0,1
		3448-3225, 870-813, 746-606, 357-200	1,0
Диметилсульфоксид	(CH ₃) ₂ SO	5000-3333, 2703-1539, 1266-1149, 870-769, 645-200	0,1
Диметил-d ₆ сульфоксид 1,4-диоксан	(CD ₃) ₂ SOO(CH ₂ - CH ₂) ₂ O	5000-2381, 1961-1190, 606-400	0,1
		5000-3125, 2632-2040, 1923-1539, 800-666, 588-385	0,2
Вода	H ₂ O	5000-3846, 2857-1754, 1492-1000	0,025
Тяжелая вода	D ₂ O	5000-2778, 2000-1299	0,07

6.5.1.2 Спектр, полученный методом расщепления растворителя в ячейках вплоть до толщины от 0,5 мм до 1,0 мм, может быть компенсирован (откорректирован, выровнен) для всех полос растворителя, для получения спектра только самого образца. При использовании спектрометра, способного хранить цифровые данные, желаемый спектр получают компьютеризированным вычитанием хранимых данных растворителя из данных раствора. Пользователь должен ссылаться на руководство изготовителя для каждой инструментальной системы с целью осуществления компьютеризированной обработки спектральных данных, необходимых для представления твердой копии. Спектры, как из растворов CCl₄, так и CS₂, могут быть представлены в той же твердой копии по диапазону от 4000 см⁻¹ до 400 см⁻¹, или могут быть представлены по диапазону от 4000 см⁻¹

до 1330 см^{-1} для раствора CCl_4 и по диапазону от 1330 см^{-1} до 400 см^{-1} для раствора CS_2 . Первый из вышеуказанных выборов, является предпочтительным, поскольку, как на частоты полос, так и на интенсивности полос, растворители действуют по-разному (из-за взаимодействия раствор - растворенное вещество).

6.5.1.3 Спектры расщепленного раствора приемлемы без компенсации раствора, но распознавание полос растворителя, которые присутствуют, обязательно, при сравнении таких спектров со спектрами, которые зарегистрированы, либо компенсацией раствора, либо компьютеризированным вычитанием раствора. Спектр ИК - области раствора по всему диапазону от 4000 см^{-1} до 400 см^{-1} может быть приемлемым, но он не рекомендуется для растворов неизвестных веществ, поскольку соответствующие спектральные данные могут быть замаскированы поглощением растворителя. Невозможно откорректировать полностью пропускающие полосы, как например,

CS_2 ($l \approx$ от 1400 см^{-1} до 1600 см^{-1}), CCl_4 ($l \approx$ от 730 см^{-1} до 800 см^{-1}) и CHCl_3 ($l \approx$ от 790 см^{-1} до 725 см^{-1}) при использовании 0,1- мм длины пути.

ПРИМЕЧАНИЕ Предпринимаемые коррекции таких полностью пропускающих полос, могут затемнить полосы образца.

6.5.1.4 ИК спектр может быть зарегистрирован при использовании 1 % растворов в 1,0-мм запечатанных ячейках, как и при использовании 10 % растворов в 0,1-мм ячейках. Однако, помех из-за растворителей больше с 1 мм ячейками (см.Таблицу 2). В случаях, когда присутствует прочная межмолекулярная связь, как например, межмолекулярное водородное связывание между молекулами растворенного вещества, итоговые ИК – спектры, полученные 1 % растворами, будут отличаться от спектров, полученных 10 % растворами, из-за разной концентрации несвязанных молекул растворенного вещества, и в разных концентрациях димерных, тримерных, тетрамерных и т.п. межмолекулярных водородных связей молекул растворенного вещества.

6.5.1.5 Явное преимущество приобретается записью ИК спектров при наборе стандартных условий, таких как от 5 % до 10 % растворы в запечатанных ячейках с длиной пути 0,1 мм. Метод позволяет легко провести приблизительные количественные анализы к определенной дате в будущем на образцах, когда не требуется большая точность. Кроме того, для качественных анализов, записанные спектры будут иметь аналогичную интенсивность полос, допуская, что используются идентичная концентрация и длина пути и идентичные настройки параметров прибора.

6.5.1.6 Спектры, которые должны использоваться для компьютерного поиска, следует измерять с осторожностью. Алгоритмы поиска приводят к норме самую выраженную (прочную) спектральную характеристику к произвольному уровню пропускания. Поэтому следует измерить спектр растворенного вещества при использовании сочетания концентрация/длина пути, что приводит к прочной полосе растворенного вещества, имеющей поглощающую способность, не превышающую оптическую плотность 1,0.

6.5.2 Анализ веществ, растворимых в летучих органических растворителях
Использование одноразовых ИК карт. Многие твердые образцы, растворимые в летучих органических растворителях, которые легко увлажняют область нанесения (внесения) образца на окне, прозрачном для ИК – области спектра или одноразовых ИК карт. Можно использовать любой растворитель, который полностью растворяет компонент (-ы), представляющий интерес, достаточно летучий для быстрого испарения после применения образца и не вступает с ним в реакцию, а также не вступает в реакцию с областью нанесения образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Спектр, полученный при использовании одноразовой ИК карты, может быть откорректирован полимерными полосами для того чтобы получить только спектр образца. При использовании спектрометра, который способен хранить цифровые данные, желаемый спектр получают компьютеризированным вычитанием хранимых данных для карты контрольного образца из данных для вносимого образца. Пользователю следует ссылаться на руководство изготовителя для каждой инструментальной системы, для того, чтобы провести компьютеризированную обработку спектральных данных, необходимых для представления твердой копии.

6.5.2.1 Раствор образца в соответствующем растворителе, готовят в 10 % или более диапазоне вес/объем, и встряхивают для получения однородного раствора. Каплю раствора наносят на центральную часть области нанесения образца, используя чистую пипетку или шприц. При необходимости, образец можно распылить на поверхности подложки, используя тупой конец аппликатора, как например, одноразовой пипетки. Растворитель (-и), используемые для растворения образца, могут испаряться, оставляя слой твердого или жидкого образца в области внесения образца. Во многих случаях, используемые растворители испаряются быстро. Если требуется сократить время испарения, то небольшой поток чистого сухого воздуха или азота можно пропустить через поверхность или осторожно нагреть карту в печи или же с помощью инфракрасной лампы накаливания в течение короткого времени.

6.5.3 Анализ водных растворов

Ячейки внутреннего отражения. Вода не рекомендуется в качестве растворителя в ИК - области спектра, поскольку она является сильно поглощающей в большей части полезной средней области ИК спектра и поскольку она воздействует на многие материалы окон, используемые для ячеек пропускания. Когда водные растворы являются наиболее удобной формой для обработки отдельных материалов, несмотря на это, могут использоваться ячейки внутреннего отражения с достаточно короткой действительной длиной пути для того, чтобы позволить регистрацию спектров от ближней инфракрасной области спектра до 850 см^{-1} (за исключением от 3800 см^{-1} до 2900 см^{-1} и от 1700 см^{-1} до 1600 см^{-1}). Эти ячейки - цилиндрические или прямоугольные. Водный фон может быть вычтен в ФТ - ИК и компьютеризированных дисперсионных приборах. Спектр растворенного вещества, полученный по этому методу, будет вполне отличен от спектра сухого растворенного вещества, таким образом, что, как правило, для идентификации веществ, растворенных в воде, требуется набор спектров водного раствора.

6.5.4 Анализ водосодержащих растворов

Одноразовая ИК перфорационная карта. Метод приемлем для образцов, таких как латексы, майонез, и других коллоидных или эмульсионных образцов. Для многих таких образцов также имеется органический модификатор, как например, повехностно-активные вещества или органическая жидкость, которые способствуют увлажнению области внесения образца. В таких случаях каплю образца наносят на область нанесения образца как в 6.5.2.1, или намазывают как в 6.4.

7 Анализ твердых веществ

7.1 Ячейки алмазной наковальни с высоким давлением

Образцы часто проходят обкатку в ячейке алмазной наковальни с высоким давлением в соответствии с ASTM E 334.

7.2 Методика щелочегалоидных прессованных таблеток

7.2.1 Метод включает размалывание твердого образца, смешивание его с щелочегалоидным порошком, и прессование полученной смеси в таблетку или диск. Рассеивание ИК излучения уменьшается при включении частиц образца в матрицу со сравнимым (аналогичным) показателем преломления. Щелочегалоиды используются из-за того, что они обладают свойствами текучести на холоде и отсутствия поглощения в широком спектральном диапазоне. Наиболее широко используется KBr, но KCl и CsI также используются для лучшего соответствия показателю преломления, расширенному спектральному диапазону или во избежание ионного обмена с другими образцами галоидной соли. Метод таблетки применяется ко многим органическим веществам, но есть ограничения, связанные с несколькими химическими типами веществ. Соли амина, соли карбоновых кислот и некоторые неорганические соединения могут вступать в реакцию с щелочегалоидами и давать спектр, который не представляет исходный образец.

7.2.2 Поскольку полученный спектр зависит от размера частиц, то важно подготовить, как образец, так и эталонные вещества одинаковым способом с целью гарантии того, что представлены распределения размеров. Также следует отметить, что кристаллическое строение соединения может изменяться размалыванием или высоким давлением, оказываемым при формировании таблетки, вызывающим изменение ИК спектра.

7.2.3 Как образец, так и порошок галоидной щелочи должны быть сухими для того, чтобы получить отчетливую таблетку. Соотношение количества образца к порошку KBr должно находиться в диапазоне от 1/50 до 1/1000 в зависимости от типа образца. Твердый образец размалывают при использовании ступки и пестика или механической вибрмельницы, до тех пор, пока размер частиц не станет меньше длины волны излучения ИК области спектра (например, < 2 мкм), для того, чтобы минимизировать рассеивание ИК излучения. Ступка и пестик должны быть изготовлены из агата, окиси алюминия или карбид бора во избежание загрязнения образца во время размалывания (растирания). Соответствующее размалывание приводит к получению глянцевого слоя, прилипшего к ступке. KBr (или другая галоидная щелочь) добавляется к образцу и тщательно перемешивается с ним. Смесь образца из KBr затем помещается в специальную пресс-форму (штамп) и сжимается до маленького диска, толщиной 1 мм. Величина применяемой силы зависит от диаметра пресс-формы. Наилучшие таблетки формируются путем удаления, пресс-формы, заполненной смесью образца KBr перед применением давления. Процесс сводит к минимуму количество воды в прессованной таблетке.

7.2.4 Для качественного анализа многих соединений, соответствующее размалывание и смешивание можно провести путем измельчения смеси образца KBr на вибрмельнице в течение времени от 30 с до 60 с.

7.2.5 Щелочегалоидный порошок может быть использован в качестве мягкого абразива для сбора образцов поверхностных слоев материалов, как например, краска. Таблетки, сделанные из этих порошков, используются для изучения воздействия окружающей среды на обработку поверхности, а также аналитического сравнения автомеханических обработок.

7.2.6 Часто для сжатия маленьких таблеток, диаметром 0,5 мм, применяется миниатюрный пресс. Качество полученного спектра улучшается размещением небольшой таблетки в луче конденсора в отделении для образца ИК спектрометра. Это приводит к дополнительному фокусированию ИК луча, коэффициентом от 4 до 6 в линейном измерении.

7.3 Метод полимерной матрицы

Порошкообразный полиэтилен с низкой плотностью может использоваться в качестве матричного вещества в диапазоне от 500 см^{-1} до 50 см^{-1} . Из-за поглощения, полосы в дальней области ИК спектра имеют низкую интенсивность, поэтому требуется сравнительно высокое отношение образца к полиэтиленовому порошку. Хорошо-дисперсная смесь полиэтилена - образца помещается в пресс-форму и нагревается до температуры $90 \text{ }^\circ\text{C}$. Это приводит к получению прессованной пленки с равномерно распределенным образцом. Данную процедуру применяют только к соединениям, которые устойчивы при температуре $90 \text{ }^\circ\text{C}$.

7.4 Метод с растиранием

7.4.1 Метод включает размалывание твердого образца с небольшим количеством жидкости известной как добавка для растирания. Фторуглеродное масло используется в диапазоне от 4000 см^{-1} до 1300 см^{-1} , а вазелиновое масло используется в диапазоне от 1300 см^{-1} до 50 см^{-1} . Расщепленные растирочные вещества, использующие обе жидкости, необходимы для получения оптимального полного спектра. Качественные спектры могут быть получены при использовании только одной из добавок для растирания (вазелинового масла), при условии, что поглощение используемой добавки для растирания не маскирует спектральные области аналитического значения.

Таблица 3 - Добавка для растирания

Добавки для растирания*	Максимальный пик поглощения, $\approx \text{см}^{-1}$	
Вазелиновое масло (Nujol ^A)	2952	
	2921	
	2869	
	2952	
	1460	
	1378	
	721	
	Фторуглеродное масло (Fluorolube ^B)	1275
		1230
		1196
1141		
1121		
1094		
1034		
961		
896		
830		
735		
650		
594		
543		
519		

ПРИМЕЧАНИЕ Для наименьшего количества поглощения из добавки для растирания используют Nujol (медицинское масло) в области приблизительно от 1350 см^{-1} до 400 см^{-1} и Fluorolube (фторуглеродная смазка) в области от 4000 см^{-1} до 1350 см^{-1} . Рекомендуется, чтобы эталонные ИК спектры были записаны для добавок для растирания, используемых в вашей лаборатории.

7.4.2 От 3 мг до 10 мг образца помещают в ступку из агата, оксида алюминия, или карбида бора, растирают до частиц, диаметром менее 2 мкм, и распределяют равномерно по поверхности ступки. На этом этапе, образец должен быть глянцевитым. Добавляют от одной до несколько капель жидкости для растирания, и проводят тщательное измельчение до тех пор, пока все частицы не будут взвешены в добавке для растирания, и смесь не будет представлять собой пасту кремообразной консистенции. Эту пасту затем переносят чистым резиновым скребком на плоскую пластину, изготовленную из NaCl, KBr или другого материала (одноразовые ИК карты применяются для средней области ИК спектра, тогда как окна из полиэтилена с низкой плотностью (LDPE) применяются ниже 200 см^{-1}) и равномерно распределяют по средней части пластины. Вторая плоская пластина используется для сжимания пасты в тонкую пленку путем осторожного вращения верхней пластины, за исключением того, что для ИК карт и окон из LDPE этап не требуется. На этой стадии, правильно подготовленное растирочное вещество должна быть достаточно прозрачным в излучении в видимой области спектра (мутный вид означает, что требуется дальнейшее растирание)

7.4.3 Для расщепленных растирочных веществ при работе с двумя добавками для растирания применимы две ступки и два пестика. Трудной частью этого процесса является регулирование толщины растирочной пленки, так, чтобы оптическая плотность полос в обеих спектральных областях давала точные относительные величины. Это осуществляется выбором полосы образца, у которой нет помех, как в жидкостях для растирания, так и в регулировании толщины пленки, таким образом, что оптические плотности этой полосы по существу идентичны в спектрах двух растирочных веществ. Регулировка толщины пленки упрощается использованием прибора (FT-IR или дисперсионного), способного хранить цифровые данные и, таким образом, способствуя проведению регулировки компьютеризованными вычислениями, основанными на полосе образца, у которого нет помех. Пользователь должен ссылаться на руководство изготовителя с целью проведения вычислений для каждого типа используемой системы.

7.4.4 Другой метод, который используется для приготовления высококачественных растирочных веществ – это перемалывание образца и добавки для растирания на дробилке (мельнице), имеющей две приводные вращающиеся пластины из шлифованного стекла. Данный метод применим для подготовки растирочных веществ многих органических материалов. Он не рекомендуется для жестких материалов, так как стекло может быть введено в образец в качестве загрязняющего вещества. Растирание можно также проводить вручную соединениями из шлифованного стекла большого диаметра.

7.5 Спектроскопия зеркального отражения. Плоская поверхность позволит падающему лучу отразиться от поверхности под углом падения. Измеренный спектр отражения содержит информацию об абсорбирующих свойствах материала, и часто оказывается очень искаженным. Преобразование Крамерса-Кронинга может применяться к наблюдаемому спектру с целью извлечения нормального спектра поглощения из этой информации (см. ASTM E 334).

7.6 Спектроскопия диффузного отражения

7.6.1 При использовании вместе с инфракрасным спектрометром с преобразованием Фурье, настоящий метод упоминается как DRIFT спектроскопия (инфракрасная диффузного отражения с Фурье-преобразованием). Он приобрел широкое распространение для анализа ряда материалов вследствие своей упрощенности и легкости в подготовке. Он также является предпочтительным для образцов, которые сильно отражают или рассеивают энергию инфракрасного излучения.

7.6.2 Метод применяется к твердым образцам, которые размалываются (как при приготовлении щелочгалоидных таблеток, так и растирочных материалов) и затем смешиваются с порошком KBr, KCl или другими оптическими прозрачными порошкообразными материалами, или их сочетанием. Спектры ниже 400 см^{-1} могут быть получены при использовании полиэтиленового порошка. Смесь загружается в чашку для образца, которая затем устанавливается во вспомогательное устройство диффузного отражения. Конечные спектры могут значительно отличаться от спектров, полученных спектроскопией пропускания. Относительно деталей и применения, см. [17-29].

7.6.3 Другой метод, применяемый для получения твердых образцов для использования в DRIFT спектроскопии основан на использовании пробоотборника с абразивным основанием, изготовленного из карбида кремния, алмаза, или другого твердого вещества. Настоящие одноразовые держатели образца, доступные из множества источников, предлагают простые средства отбора проб твердых неорганических (например, минералов) и органических (например, термоактивной смолы) веществ.

7.7 Спектроскопия отражения - поглощения

Настоящий метод используется для получения спектров поглощения нерастворимых покрытий на отражающих подложках, как например, гладкой металлической поверхности. Спектры покрытий, такие же тонкие как 1 мкм могут быть получены при использовании приспособления спектрального отражения. (Относительно деталей и применения см. [30 – 33].

7.8 Полное отражение

Имеются вспомогательные устройства, которые могут измерять как диффузные, так и зеркальные компоненты отражения инфракрасной области спектра. Один особый тип вспомогательного устройства представляет собой фотометрический шар, который поглощает отражаемую энергию со всех углов и часто включает в себя специально встроенный детектор, имеющий большую площадь поверхности. При определенных условиях, зеркальный компонент отражаемой энергии может быть уменьшен или даже удален прежде, чем энергия достигнет детектора. Указанный тип вспомогательного устройства приемлем для измерения общей отражаемой энергии от образца, для исследования образцов (как например, ткани), что нелегко осуществить каким-либо традиционным способом.

7.9 Спектроскопия внутреннего отражения

Валовые пробы, включая полимерные пленки и жидкости, могут быть исследованы этим методом, если поверхность является представительной для внутренней части образца. Дополнительную информацию см. в ASTM E 573. В случае с материалами, которые имеют жесткие поверхности, когда получение хорошего контакта между элементом внутреннего отражения (IRE) и образцом, при использовании метода IRS является затруднительным, то улучшить поверхностный контакт можно, нагревая как IRE, так и материал, во время контакта под давлением. Однако метод часто разрушает IRE.

8 Анализ образцов в паровой фазе

8.1 Использование простых газовых ячеек

8.1.1 Образцы, которые являются газами в условиях окружающей среды относительно температуры и давления, или даже жидкостями, которые имеют низкое паровое давление $0,1\text{ торр}$ ($\approx 13\text{ Па}$) при температуре окружающей среды, легко

исследуются инфракрасной областью спектра. Спектр, удовлетворительный для качественной идентификации может быть зарегистрирован для большинства газов путем очистки в вытяжном шкафу, ячейка с небольшим объемом (имеющая, например, от 1 мм до 3 мм длину пути) с газовым образцом должна продуваться воздухом. Задвижки затем закрываются. Может использоваться увеличенная длина пути, если целью является установление включений в газообразном образце.

8.1.2 Стеклоячейка 5 см или 10 см, оснащенная окнами из KBr, CsI или других соответствующих материалов, часто используется для регистрации ИК спектров паровых фаз. Может быть применено некоторое давление, так, чтобы, можно было наблюдать формы, как слабых, так и сильных полос. Форма и интенсивность полос в газовой фазе спектра, меняется как общим давлением, так и характером растворителя (разжижителя). Следовательно, полезной процедурой является получение газовых спектров, скорректированных до некоторого постоянного разбавления инертным газом, прозрачным для ИК области спектра, таким как, азот, например до общего давления 600 торр. Аспект особенно важен для проведения количественного анализа. Кроме того, на инфракрасные спектры молекул с прочными межмолекулярными водородными связями, как например, карбоновых кислот (мономеров-димеров), особенно влияют, как давление, так и температура.

8.1.3 Определенные газы, такие как NO_2 или SO_2 вступают в реакцию с щелочегалогенидными окнами, приводя к образованию ионных видов на поверхности окна. В этом случае, ZnSe или другое вещество, которое не разрушается SO_2 или NO_2 , должно использоваться в качестве материала для окна, если искаженные полосы создают большие помехи спектру образца.

8.1.4 10-см стеклоячейка, оснащенная окнами, изготовленными из полиэтилена с высокой плотностью, толщиной в несколько миллиметров, может использоваться для регистрации ИК спектров паровых фаз в диапазоне от 500 см^{-1} до 50 см^{-1} и ниже.

8.2 Использование многопроходных газовых ячеек

8.2.1 Ячейки с большой длиной пути требуются для того, чтобы зарегистрировать ИК спектры химических веществ с низким давлением пара при температуре окружающей среды. Тот же тип ячейки применяется для того, чтобы обнаруживать уровни частей на миллион (ppm) загрязняющих веществ (включений) в воздухе или другом газе. В последнем случае, H_2O и CO_2 , присутствующие в воздухе могут быть компенсированы размещением аналогичной ячейки, заполненной воздухом в опорном (эталонном) луче с установкой соответствующей длины пути. Для приборов, способных хранить цифровые спектры, чтобы получить эталонный спектр воздуха может быть использована такая же ячейка, а затем спектр может быть вычтен из спектра образца. Длина пути, применяемая в анализе следов, составляет 20 м. Установка аналогичной длины пути необходима для химических веществ с низким паровым давлением при температуре окружающей среды.

8.2.2 Недостатком использования многопроходных ячеек является то, что оптические системы находятся в контакте с образцом, и это может стать причиной ухудшения даже зеркал с золотым покрытием. Другой недостаток заключается в том, что определенные образцы приклеиваются к большой площади поверхности ячейки, приводя к образованию внутренней памяти при введении другого образца в ячейку. Обширное продувание сухим воздухом или сухим азотом при регулярном опорожнении ячейки часто необходимо для вычищения ячейки. Легкий нагрев лампой накаливания может также способствовать уменьшению эффектов памяти. Кроме того, окна ячейки часто покрываются материалами, используемыми для запечатывания окна ячейки.

Пренебрежение этими показателями приведет к получению ИК спектров образца плюс загрязняющих веществ от предшествующих исследований.

8.3 Использование нагретых газовых ячеек

8.3.1 ИК спектры паровой фазы твердых веществ и жидкостей с высокой температурой кипения, могут быть исследованы при повышенной температуре (200 °С и выше), при использовании паровых ячеек со сравнительно короткой длиной пути (0,1 м - 0,75 м). ИК спектры, зарегистрированные таким способом, очень полезны для идентификации фракций GC-IR неизвестных материалов, т.к. GC-IR спектры удобны для регистрирования при высоких температурах (см. ASTM E 1642).

8.3.2 Регистрация ИК спектров при высокой температуре, с использованием дисперсионного прибора, требуют, чтобы ИК излучение из источника прерывалось впереди образца во избежание записи ИК излучения, испускаемого горячим образцом. Если только не применяются очень высокие температуры, это не представляет собой проблему, если используется спектрометр FT-IR, при условии, что образец держат между интерферометром (который является прерывателем выборочного волнового числа) и детектором.

9 Исследование полимеров

ПРИМЕЧАНИЕ См. [8] и [34] для общих методов ИК анализа полимеров. См. [10-14] для компиляции (составления) спектров полимеров.

9.1 Полимеры, растворимые в воде

9.1.1 Полимеры, образующие пленки, которые растворяются в воде, легко исследуются в диапазоне от 4000 см⁻¹ до 400 см⁻¹ как пленки, отлитые из раствора на поверхности плоских пластин из бромида серебра (AgBr) (см. Таблицу 1 для других оконных материалов). Для того чтобы отлить пленку из раствора с однородной толщиной ≈ 0,01 мм, готовят должным образом разбавленный водный раствор полимера. Бромид серебра менее чувствителен к сильно видимому или ультрафиолетовому свету, чем хлорид серебра (AgCl), но со временем он будет темнеть. Пластины, следовательно, должны храниться в темноте, когда они не используются. Для этих измерений следует использовать только прозрачные пластины из AgBr. Кроме того, плоские пластины из AgBr или AgCl должны быть толщиной 2 мм для того, чтобы устранить дополнительные интерференционные полосы. Пленки полимеров, растворимых в воде литых на стекло, легко исследуются путем снятия пленки со стекла. Водорастворимые полимеры, которые не образуют хорошие пленки, могут быть исследованы, при использовании метода щелочгалоидной таблетки (см. 7.2.1).

9.1.3 Для получения подробной информации о методе спектроскопии внутреннего отражения (IRS) см. ASTM E 573.

9.2 Полимеры, растворимые в органических растворителях

Разнообразные растворители, такие как 1,2-дихлоролбензол, толуол, метилэтилкетон, диметилформамид, тетрагидрофуран (Примечание 4) могут быть использованы для того, чтобы отлить полимерные пленки на галоидно-щелочную пластину. Растворитель удаляют нагреванием в атмосфере азота при использовании ИК

лампы накаливания или в вакуумной печи. Идеальная однородная пленка, отлитая из раствора, имеет толщину \approx от 0,01 мм до 0,05 мм и не содержит растворителя по показаниям спектра. В большинстве случаев, растворы полимера могут быть получены только при нагревании; предварительный нагрев пластины из KBr или NaCl перед нанесением раствора необходим для предотвращения разрушения пластины. Пластина из CsI позволяет зарегистрировать более широкий частотный диапазон и она не так чувствительна к термическому удару. В Таблице 4 приведен список растворителей, которые используются для растворения различных классов полимеров. Пленки могут также быть отлиты из органического растворителя на элементе внутреннего отражения (IRE), а качественные спектры зарегистрированы при использовании метода IRE. Более того, для тех материалов, растворимых в растворителях, которые могут легко улетучиваться при температуре ниже 75 °С, может применяться метод одноразовой ИК карты, описанный в 6.5.4.

Таблица 4 - Растворители, используемые в литье полимерных пленок

Класс	Родовое обозначение	Растворители ^A
Ацетатные полимеры Акриловые полимеры	Полиформальдегид	1,2-дихлорбензол
	ABS тройной сополимер	1,2-дихлорбензол
	Сополимер акриловой кислоты и этилена	1,2-дихлорбензол
	Сополимер бутадиена и акрилонитрила	1,2-дихлорбензол
	Полиакриламид	вода
	Полиэтилакрилат	1,2-дихлорбензол
	Этилакрилат	1,2-дихлорбензол
	Сополимер этилакрилата этилена	1,2-дихлорбензол
	Полиметилакрилат	
	Полиметилметакрилат	1,2-дихлорбензол
	Сополимер метилметакрилат и стирола	ацетон
	Полиакрилонитрил	1,2-дихлорбензол
	Аминополимеры	Полиметакриламид
Полинатриевый акрилат		диметилформамид
Меламин-формальдегид		вода
		вода

Таблица 4 (продолжение)

Класс	Родовое обозначение	Растворители ^A
Целлюлоза	Карбамидформальдегид	^B ацетон
	Ацетат целлюлозы	1,2-дихлорбензол или
	Бутират ацетат целлюлозы	ацетон
	Нитроцеллюлоза	ацетон
	Пропионат целлюлозы	ацетон
	Этилцеллюлоза	ацетон
	Гидроксиэтилцеллюлоза	этилендихлорид
	Метилцеллюлоза	вода
Натрий карбоксиметилцеллюлоза	вода вода	
Кумароновая и терпеновая смолы	политерпен кумароно-инденовой смолы	1,2-дихлорбензол
Эпоксидная смола	Полимеры на основе диглицидного эфира бисфенола А (вулканизированные) (невулканизированные)	1,2-дихлорбензол
		^B
Этилен Полимеры	Эпоксидный фенолформальдегид	1,2-дихлорбензол
	Полиэтилен	ацетон
Фторуглероды	Сополимер этилена и пропилена	1,2-дихлорбензол
	Оксид полиэтилена ^C	1,2-дихлорбензол
	Политетрафторэтилен	1,2-дихлорбензол
	Поливинилфторид	ацетон или ССl ₄ или ^B
	Фурфурол-фенольные полимеры	^B
Фурановые полимеры	Полиизопрен	диметилформамид
	Акроидные смолы	метиленхлорид или метанол
Изопрен	Битум	толуол или 1,2 -дихлоробензол
	Копалово вулканизиро-ванное Конго	ацетон
Натуральные смолы	Копалово-смолистое Конго	метиленхлорид
	Каури-копаловая смола	1,2 -дихлоробензол
	Копалово-манильская пенька	диметилформамид
	Восточно-индийский метамфетамин	

Таблица 4 (продолжение)

Класс	Родовое обозначение	Растворители ^А
<p>Найлоны</p> <p>Фенольные смолы</p> <p>Поликарбонаты</p> <p>Полиэфирные смолы</p> <p>Полибутилен</p> <p>Полимеры пропилена</p> <p>Белок</p> <p>Пластики</p> <p>Стирольные полимеры</p> <p>Полисulfоны</p> <p>Полиуретаны</p>	<p>Восточно-индийский рае</p> <p>Смола элеме</p> <p>Шеллак</p> <p>Винол</p> <p>Найлон 6</p> <p>Найлон 6/10</p> <p>Найлон 7</p> <p>Найлон 11</p> <p>Фенол-формалдегид</p> <p>Резорцин-формалдегид</p> <p>Полимер бис-фенола А карбоната</p> <p>Полиэтилентерефталат</p> <p>Полиизобутилен</p> <p>Окись полипропилена</p> <p>Казеин</p> <p>Зеин</p> <p>Полистирол</p> <p>Большинство стироловых сополимеров</p> <p>Вулканизированные</p> <p>Невулканизированные</p> <p>Алкилсульфид, сополимеры дисульфид алкилового эфира</p> <p>Поливинилацеталь</p> <p>Поливинилацетат</p> <p>Поливинилалкоголь</p> <p>Поливинилалкоголь-ацетат</p>	<p>1,2 –дихлорбензол</p> <p>диметилформамид</p> <p>1,2 –дихлорбензол</p> <p>1,2 –дихлорбензол</p> <p>1,2 –дихлорбензол</p> <p>диметилформамид</p> <p>ацетон</p> <p>диметилформамид</p> <p>диметилформамид</p> <p>диметилформамид</p> <p>тетрагидрофуран</p> <p>тетрагидрофуран</p> <p>метиленхлорид тетрагидрофуран</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>в</p> <p>в</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>тетрагидрофуран</p> <p>горячий димети-сульфоксид (DMSO)^В</p> <p>Тетрагидрофуран DMSO</p> <p>диметилформамид</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p>
<p>Тиокаучук</p> <p>Виниловые полимеры</p>	<p>Поливинилэтиловый эфир</p> <p>Поливинилбутираль</p> <p>Поливинилхлорид</p> <p>Поливинилхлорид-ацетат</p> <p>Сополимер поливинилхлорида и метилакрилата</p> <p>Поливинилформаль</p> <p>Поливинилпропионат</p> <p>Поливинилпирролидон</p> <p>Поли N-винил карбазол</p> <p>Поливинил циклогексан</p> <p>Винилиден хлорид-акрилонитрил</p>	<p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>ацетон</p> <p>вода</p> <p>вода</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>диметилформамид</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>1,2 -дихлорбензол</p> <p>ацетон или этилен-дихлорид</p>

Таблица 4 (продолжение)

Класс	Родовое обозначение	Растворители ^A
Сополимеры винилидена Ксилол	Сополимер винилиден-хлорида и бутилакрилата	1,2 -дихлорбензол вода
	Сополимер винилиден-хлорида и этилакрилата	диметилформамид 1,2 -дихлорбензол
	Сополимер винилиден-хлорида и винилхлорида	1,2 –дихлорбензол диме- тилформамид
	Поли-р-ксилол	1,2 -дихлорбензол 1,2 -дихлорбензол 1,2 -дихлорбензол 1,2 –дихлорбензол

^A Могут использоваться другие аналогичные растворители.
^B С прочно шпигитым или нерастворимым полиуретаном обрабатываются как с таблеткой на расщепленных растирочных материалах или как с пленкой, если растворяется в DMSO.
^C Растворимость зависит от молекулярного веса.

ПРИМЕЧАНИЕ Тетрагидрофуран (ТНФ), используется для растворения определенных классов полимеров. Обязательно, чтобы применялся либо свежий, либо ингибированный ТНФ. После того, как бутылку со свежим ТНФ открывают, из него медленно формируются перекиси. Сильные взрывы могут произойти при нагреве ТНФ, содержащем перекись ТНФ, с целью растворения образца. Ингибированный ТНФ будет показывать поглощение из ингибитора в пленке, отлитой из раствора.

9.3 Латексные суспензии (в воде)

Соответствующие пленки могут быть приготовлены из латекса (в воде) путем отлива тонкой пленки ($\approx 0,01$ мм) на стекле, высушивания, а затем удаления высушенной пленки со стекла и растягивания ее над жесткой рамой. Даже если эти материалы не являются водорастворимыми, метод представленный в 9.1 для водорастворимых полимеров часто применяется как альтернативный метод для отлива тонкой пленки на пластине из AgBr или AgCl. (См. 9.5.2 для методов устранения интерференционных полос.)

9.4 Нерастворимые шпигитые полимеры

Нерастворимые шпигитые полимеры, которые не могут быть спрессованы в тонкую пленку, могут быть исследованы методом прессованной таблетки из KBr или расщепленных растирочных материалов. Некоторые каучукоподобные полимеры могут быть перетерты при охлаждении полимера жидким азотом или твердой двуокисью углерода. Другими применимыми методами являются IRS (см. ASTM E 573), PAS (фотоакустическая спектроскопия) (см. 11.2), диффузное отражение и пиролиз (см. 11.3).

9.5 Горячепрессованные или закатанные (обкатанные) полимерные пленки

9.5.1 Горячепрессованные пленки готовятся помещением полимера между листами алюминиевой фольги и прессованием при температуре выше точки размягчения. Горячепрессованные или закатанные пленки могут быть изучены путем установления пленки ровно над жесткой рамой. Такие пленки часто приводят к интерференционным полосам, наложенным на спектр полимера. Поскольку параметры этих полос зависят от толщины и показателя преломления пленки, то эти параметры могут использоваться для определения толщины пленки, если известен показатель преломления. Когда полосы

усложняют интерпретацию спектра полимера, они могут часто быть уменьшены или устранены путем придания поверхности пленки шероховатости; однако, это приводит к некоторому рассеиванию ИК излучения. Другой метод заключается в покрытии поверхности пленки тонким слоем вазелинового масла или фторуглеродного масла, в зависимости от частотного диапазона, представляющего интерес [35]. Еще один метод заключается в установлении пленки под углом Брюстера к лучу излучения, при использовании параллельной поляризации [5].

9.5.2 Интерференционные полосы также могут быть удалены из записанных спектров, при использовании FT-IR путем модификации необработанной интерферограммы [36]. Полосы, возникающие из-за присутствия слабой вторичной (а иногда более высокого порядка) центральной вспышки (центрального выброса), наложенной на интерферограмму. Удаление этой посторонней центральной вспышки, путем образования прямой линии на этом участке интерферограммы, приводит к удалению полос из спектра или их уменьшению, но ценой образования нескольких слабых посторонних деталей (параметров) в спектре.

10 Анализ других типов материалов

10.1 Материалы, растворимые в воде

10.1.1 Вещества, растворенные в воде, иногда можно определить непосредственно получением спектра пленки водного раствора между пластинами из AgCl или AgBr либо в ячейке с фиксированной длиной пути с окнами из CaF₂ или BaF₂. Поглощение водой, однако, маскирует большую часть полезного участка инфракрасного спектра, и может потребоваться разделение растворенного вещества.

10.1.2 Использование IRS. Спектры поглощения водных растворов могут быть получены с использованием IRS. (см. 7.9).

10.1.3 Нелетучие растворенные вещества. Водный раствор испаряется до сухого состояния, и остаток исследуется методом прессованной таблетки (см. 7.2) или расщепленного растирочного вещества (см. 7.3). Неорганические соединения, идентифицированные при использовании этого метода – это карбонаты, фосфаты, или сульфаты. Нелетучие органические вещества, растворяющиеся в CCl₄ и CS₂, затем исследуются по методу, представленному в 6.5.1.

10.1.4 Извлекаемые вещества. Одним из методов распознавания веществ, растворенных в воде, является извлечение соответствующего объема раствора соответствующим растворителем (10 мл раствора на 1 мл экстрагирующего вещества). Неводный (нижний) слой отделяется и солится порошком NaCl с целью удаления воды. Раствор затем помещают в 0,1 мм или 10-мм запечатанную ячейку из KBr или применяют к одноразовой ИК карте как изложено в 6.2.

10.2 Эфлюент газовой хроматографии

Метод под управлением основного оборудования (GC/FT-IR). Использование спектрометра с Фурье преобразованием дает возможность получить спектры поглощения паровой фазы веществ, в то время как они элюируются (вымываются) из газового хроматографа. Для подробной информации см. ASTM E 1421.

10.3 Эфлюент жидкостной хроматографии (LC/IR)

Поток элюента из жидкостного хроматографа может быть исследован при использовании инфракрасной спектроскопии. Более подробно по методике эксперимента приведено в ASTM E 334.

11 Особые виды исследований

11.1 Влияние температуры на материалы (См. также эмиссионную спектроскопию, 11.4).

11.1.1 ИК спектры вещества, полученные по диапазону температур, являются полезными в выяснении молекулярного строения. В этих исследованиях с переменной температурой, необходимо использовать спектрометр, который не регулирует (понижает частоту) ИК излучения, выделяемого образцом. (Это не является проблемой при использовании спектрометра с Фурье преобразованием) Необходимо соответствующее вспомогательное устройство, которое может изменять температуру образца.

11.1.2 Настоящий стандарт может использоваться для получения ИК спектров синтетических полимеров и биомембран, как в их кристаллическом, так и аморфном состояниях, а в некоторых случаях для определения изменений в межмолекулярной связи, возникающей между полимерными цепями, что оказывает влияние на их физические свойства [37] и [38]. Превращения в другие кристаллические твердые формы при температурном изменении, а также переход из жидкого состояния в твердое аморфных или кристаллических форм, также могут быть изучены.

11.1.3 Эксперименты с переменной температурой важны для установления, являются ли определенные пары полос результатом присутствия поворотных изомеров либо в паровой, жидкой фазах или в завершенных вибрационных установках при определении предполагается ли, что одна или более полос в спектре являются горячей полосой (-ами) (с повышением температуры, полоса, по интенсивности, будет увеличиваться). Эти эксперименты также помогают различить пары полос, получающиеся в результате Ферми резонанса и от поворотных изомеров, так как показатели интенсивности полосы для поворотных изомеров зависят от температуры. Менее устойчивые поворотные изомеры увеличиваются по концентрации с повышением температуры [39]. Как в качественном, так и количественном анализе, тем не менее, контроль температуры имеет большое значение, поскольку как на частоту, так и на интенсивность полос влияет изменение температуры в материалах, таких как, сероуглерод [40] и полистирол [41].

11.1.4 При проведении экспериментов с переменной температурой, тепло, присутствующее в образце и вспомогательном оборудовании для отбора образцов может вызвать проблемы в результате эмиссии инфракрасной энергии внутри спектрометра.

11.1.4.1 В большинстве спектрометров FT-IR, образец помещают после того, как интерферометр и испускаемая энергия попадает в детектор в виде немодулированного сигнала. Это приводит к смещению постоянного тока к сигналу (интерферограмме), и может быть достаточно серьезным, заглушая детекторный выходной сигнал. В эксперименте с ограниченным шумом, как например, GC/IR при использовании нагретой лучевой трубки, все это заслуживает тщательного рассмотрения (см. ASTM E 1642).

11.1.4.2 Кроме того, некоторая выделяемая энергия движется по направлению к интерферометру, а часть посылается обратно вдоль луча образца после модуляции интерферометром. Это может привести к появлению ложных характеристик в спектре образца, поскольку энергия находится не в фазе с нормальным источником. В общем,

данный эффект является слабым, но может представлять из себя значительную проблему при изучении газов при высокой температуре, так как окна ячейки становятся ярким источником, и вращательные спектры газа могут содержать резкие линии поглощения, которые чувствительны к фазе. В этом случае, некоторые полосы могут появиться в качестве производного отрицательных характеристик.

11.1.4.3 При использовании определено других конструкций приборов, образец может помещаться перед интерферометром. В этом случае, эмиссии образца/ячейки модулируются интерферометром вместе с исходным сигналом.

11.2 Применение фотоакустической спектроскопии

11.2.1 Для настоящего метода требуется ИК система, оснащенная фотоакустическим детектором. Это удобно для исследования материалов в любом физическом состоянии. Модулированное ИК излучение, поглощаемое образцом, преобразовывается в тепловые волны в пределах образца. Эти тепловые волны преобразуются в акустические волны на поверхности раздела сред газ - твердое вещество или газ - жидкость, или в самом газе. Акустические частоты зависят от частоты модуляции прибора. Чем ниже частота модуляции, тем больше глубина проникновения в образец.

11.2.2 Фотоакустические спектры могут быть получены при использовании двух различных типов спектрометров FT-IR. Стандартный, быстросканирующий спектрометр регистрирует РА спектр, который имеет глубину сигнального проникновения, изменяющегося с сигнальной длиной волны, а также частоту модуляции интерферометра. Однако, применение пошагового сканирующего интерферометра, позволяет использовать единственную частоту модуляции, что приводит к одинаковой глубине проникновения по всему спектральному диапазону. Изменение этой частоты модуляции приводит к мониторингу изменения глубины проникновения, означающее то, что последовательно могут быть получены спектры на большей глубине от поверхности (глубинный разрез).

11.2.3 Теоретический и экспериментальный аспекты фотоакустической спектроскопии подробно рассмотрены [42], [43], [44], а фотоакустические ячейки, разработанные специально для применения FT-IR, имеются в продаже. Обзор PAS/FT-IR твердых веществ и жидкостей имеется в печати и рекомендуется для чтения тем, кто заинтересован в применении настоящего метода [45], [46].

11.3 Пиролиз

11.3.1 В этом методе образец быстро нагревается в специальной ячейке и исследуются продукты разложения в паровом состоянии. Инфракрасный спектр, полученный для пиролизата, может быть составным, так как изучаемые испарения могут содержать много фрагментов, возникающих из-за разложения на компоненты исходного образца.

11.3.2 Пиролиз - инфракрасная методика является наилучшей и имеющей большое значение, но ее используют только в крайнем случае. Эта методика является ценной, потому что ее можно использовать для получения спектров пиролизатов трудно обрабатываемых образцов, таких как нерастворимая термоотверждающая пластмасса и углеродные (наполненные углеродом) поперечно сшитые эластомеры. Собранный пиролиз, однако, может не представлять все компоненты образца, и образец может не давать такой же спектр в последующих сериях опытов. Некоторые компоненты смеси или сополимера могут быть полностью пропущены.

11.3.3 Пиролиз - это чувствительный аналитический метод. Следовательно, необходимо тщательно проводить эталонирование в высоко повторяющейся системе для проведения последовательного анализа. Согласованность (постоянство) системы образца обязательно означает, что образцы аналогичны, и, что аналогичность должна распространяться даже на концентрацию углеродного наполнителя, неорганический наполнитель, тип неорганического наполнителя, или их сочетание.

11.3.4 Аппараты для проведения пиролиза с целью максимального использования в идентификации полимерных составов должны быть транспортабельными, способными контролировать температуру и время, а также предусматривать сбор, как пиролизата в паровой фазе, так и конденсированного пиролизата. Аппараты для проведения пиролиза, которые соответствуют этим требованиям, могут быть приобретены у изготовителей. Полезная информация по применению методики пиролиза представлена [47], [48], [49], [50], [51], [52], [53], [54], [55], [56], [57].

11.4 Эмиссионная спектроскопия [58]

11.4.1 Некоторые спектрометры могут быть модифицированы при использовании вспомогательного оборудования, поставляемого промышленным способом с целью измерения инфракрасных спектров образцов эмиссионной спектроскопией. В этом случае, нормальный инфракрасный источник излучения либо удаляют, либо ограждают. Взамен затем устанавливают оптическую систему с целью доставки энергии, выделяемой образцом в интерферометр. Затем используются нормальные функции прибора для того, чтобы записывать однолучевой спектр выдаваемого сигнала.

11.4.2 Контур общей энергии выделяемого сигнала сравним с эмиссией абсолютно черного тела для материала, который, таким образом, зависит от температуры образца. Часто удобно проводить измерения эмиссионного спектра с установленным соотношением, используя спектр технического углерода, записанного при тех же экспериментальных условиях. Технический углерод может считаться близким к источнику излучения абсолютно черного тела. Также представляется возможным создание кривых абсолютно черного тела для сравнения. Отношение теоретической и экспериментальной кривых абсолютно черного тела показывает функцию поглощения прибора, налагаемую на спектр.

11.4.3 Настоящий стандарт представляет ценность при измерении спектра образцов при повышенных температурах, так как ответный сигнал полного абсолютно черного тела (в показателях, как интенсивности, так и частоты максимальной интенсивности) увеличивается с температурой. Если температура образца достаточно высокая, приблизительно выше 100 °С, то может быть использован пироэлектрический детектор из DTGS (дейтерированного три-глицин сульфата) с комнатной температурой для измерения сигнала. Однако ниже этой температуры требуется МСТ детектор, охлажденный жидким азотом, таким образом, чтобы между образцом и детектором существовала соответствующая температурная разница. Спектры испускания материалов при комнатной температуре регистрируются, но они низкие по интенсивности, и показывают очень малую энергию выше 1500 см⁻¹.

11.4.4 Эмиссионная спектроскопия может быть использована для получения инфракрасных спектров из тонких пленок, покрытий и моноволокон, а также из насыпных материалов. В случае покрытия на поверхности сильного излучателя (эмитента), наблюдаемый спектр иногда получают реабсорбцией энергии абсолютно черного тела, излучаемой сыпучим материалом и, следовательно, он будет обладать характеристиками, подобными спектру пропускания.

Библиография

- [1] Колтуп Н. Б., Дали, Л. Х., и Уйберли С. Е., Введение в инфракрасную спектроскопию и спектроскопию комбинационного рассеяния, 3-е издание, Университетская пресса, Нью-Йорк, 1990.
- [2] Лин-Виен Д., Колтуп Н. Б., Фателей У. Г., и Граззелли Дж. Г., Справочник по инфракрасным групповым частотам и групповым частотам комбинационного рассеяния, Университетская пресса, Сан-Диего, 1991.
- [3] Сократ Г., Групповые частоты с инфракрасными характеристиками, 2-е издание, Wiley, Chichester, 1994.
- [4] Поттс, У. Дж., Химическая инфракрасная спектроскопия, Wiley, Нью-Йорк, 1963.
- [5] Смит А. Л., Прикладная инфракрасная спектроскопия: основы, методы, и решение аналитических проблем в химическом анализе, Wiley, Нью-Йорк, том 54, 1979.
- [6] Гриффитс П. Р. и де Хазет Дж. А., Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье, Wiley-Interscience, 2-е издание, Нью-Йорк, 1986.
- [7] Колеман П. Б., Практические методы отбора проб для анализа методом инфракрасной спектроскопии, CRC Press, Boca Raton, 1993.
- [8] Урбан М. У. и Кравер С. Д., Эдс., Отношение строения и свойств для полимеров: спектроскопия и ее характеристики в серии по химии, 236, Американское Химическое Общество, 1993.
- [9] Кравер С. Д., ed., Справочник Общества Coblenz по инфракрасным спектрам, 2-е издание, Общество Coblenz, 1986.
- [10] КраверКлара Д., ed., Пластификаторы и другие добавки, 2-е издание, Coblenz Society Inc., 1985.
- [11] Поучерт К. Дж., Библиотека Aldrich Спектров FT-IR, 1-е издание, томы 1, 2 [1985], и 3 [1989], Aldrich Chem. Co., Milwaukee WI.
- [12] Большой диапазон базы данных, если доступны инфракрасные спектры из Bio-Rad, Sadtler Division, Филадельфия.
- [13] Атлас по инфракрасной спектроскопии для отрасли по выпуску покрытий, Федерация обществ для технологии красок, 1315 Walnut St., Филадельфия, 1969.
- [14] Хаммел Д. О., Атлас анализа полимеров и пластмасс, томы 1-3, 2-е издание, VCH Publishers, Deerfield Beach, FL, 1985.
- [15] Найквист Р. А., Интерпретация инфракрасных спектров паровой фазы, томы 1 и 2, Данные по групповым частотам, Bio-Rad, Sadtler, Филадельфия, 1984.
- [16] Найквист Р. А., Кагел Р. О., Пуциг С. Л. и Леугерс М. А., Справочник по инфракрасным спектрам и спектрам комбинационного рассеяния неорганических соединений и органических солей, Университетская пресса, Сан-Диего, 1997.
- [17] Гриффитс П. Р. и Фуллер М. П., Достижения в инфракрасной спектроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния, том 9, Clark, R. J. H., and Hester, R. E., eds., Heyden, Лондон, 1982, стр. 63-129.
- [18] Ханна Р. У. и Анакреон Р. Е., Прикладная спектроскопия, том 37, 1983, стр. 75.
- [19] Фуллер М. П. и Гриффитс П. Р., Аналитическая химия, том 50, 1987, стр. 1906.
- [20] Кришнан К., Хилл С. Л., и Браун Р. Х., Lab., том 12, 1980, стр. 104.
- [21] Фуллер М. П., и Гриффитс П. Р., Lab., том 10, 1987, стр. 69.
- [22] Куэль Д., и Гриффитс П. Р., Дж. Наука о хроматографии., том 17, 1979, стр.471.
- [23] Фрей, Р. У. и МакНейл Дж. Д., Спектроскопия диффузного отражения в решении проблем окружающей среды, CRC Press, Огайо, 1973, стр. 7.
- [24] Кубелка П. и Мунк Ф., З. Техническая физика, том 12, стр. 593, 1931.

- [25] Кубелка П., Дж. Американское общество по оптике, том 38, стр. 448, 1948.
- [26] Кортум Г., Отражательная спектроскопия, Springer-Verlag, Нью-Йорк, 1969.
- [27] Латроп А. Л., Дж. Американское общество по оптике, том 55, 1962, стр. 1097.
- [28] Увендландт У. У., Современные аспекты отражательной спектроскопии, Глава 2, Plenum press, Нью-Йорк, 1968.
- [29] Хект Х., Прикладная спектроскопия, том 37, 1983, стр. 348.
- [30] Гринлер Р. Г., Дж. Общая химическая физика, том 44, 1966, стр. 310.
- [31] Бланке Дж. Ф., Винсент С. Е. и Оверенд Дж., Труды по спектроскопии, том 32А, 1976, стр. 163.
- [32] Томпкинс Х. Г., Прикладная спектроскопия, том 30, 1966, стр. 377.
- [33] Полинг Г. У., Общество по общей электрохимии, том 116, 1969, стр. 958.
- [34] Хаслам Дж., Уиллис Х. А. и Сквирелл Д. С. М., «Идентификация и анализ пластмассы» Pliffe Books, 2-е издание, 1972.
- [35] Уайт Р. Г., Справочник по промышленному инфракрасному анализу, Plenum Press, Нью-Йорк, 1964.
- [36] Хиршфельд Т. и Манц А. У., Прикладная спектроскопия, том 30, 1976, стр. 552.
- [37] Найквест Р. А., Платт А. Е. и Придди Д. Б., Прикладная спектроскопия, том 36, 1982, стр. 417.
- [38] Камерон Д. Г., Умемура Дж. и Вильямс Д. Ф., Прикладная спектроскопия, том 35, 1981, стр. 113.
- [39] Найквест Р. А. и Муелдер У. У., Труды по спектроскопии, том 22, 1966, стр. 1563.
- [40] Найквест Р. А., Прикладная спектроскопия, том 40, 1986, стр. 79.
- [41] Найквест Р. А., Прикладная спектроскопия, том 38, 1984, стр. 264.
- [42] Росенквейг А., Фотоакустика и фотоакустическая спектроскопия, Уили, Нью-Йорк, 1980.
- [43] Росенквейг А. и Гершо А., Наука, том 190, 1975, стр. 556.
- [44] Росенквейг А. и Гершо А., Общая прикладная физика, том 47, 1976, стр. 64.
- [45] Видрайн Д. У., Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье, том 3, Глава 4. Ферраро Дж. Р. и Базиле Л. Дж., eds., Университетская Пресса, Нью-Йорк, 1982, стр. 125-148.
- [46] Макклеланд Дж. Ф., Джоунс Р. У., Луо С. и Северсон Л. М., Практическое руководство по FTIR фотоакустической спектроскопии, Iowa State University and MTEC Photoacoustics Inc., 1992.
- [47] Касселлс Дж. У., «Инфракрасно-пиролизное исследование синтетических волокон», Прикладная спектроскопия, том 22, 1968, стр. 477.
- [48] Chemical Data Systems Inc., Избранное историческое описание аналитического пиролиза, 1973-1980 и 1960-1973, Оксфорд, штат Филадельфия.
- [49] Ксете, А. и Леви Д. У., «Обзор литературы по термическому разложению, термическое окисление и термическое исследование высоковязких полимеров», Части 1 и 2, Plastec, N.T.I.S., Springfield, VA, 1976.
- [50] Фолмер О. Ф., Дж., «Лазерный пиролиз, газовая хроматография», Определение характеристик полимеров, междисциплинарные подходы, Кравер, С. Д., ed., Plenum Press, Нью-Йорк, 1971.
- [51] Хармс Д. Л., «Идентификация сложных органических материалов ИК спектрами их продуктов пиролиза» Аналитическая химия, том 25, 1953, стр. 1140.

[52] Лиебман С. А. и Леви Е. Е., Пиролиз и газовая хроматография в полимерном анализе, Marcel Dekker, Нью-Йорк, 1985.

[53] Лиебман С. А. и Леви Е. Е., «Пиролиз и газовая хроматография, массовая спектрометрия и инфракрасная область спектра с преобразованием Фурье» Описание характеристик полимеров, С. D. Craver, ed., Достижения в области химии, № 203, ACS, Вашингтон, Округ Колумбия, 1983.

[54] Рейх, Л. и Стивала С. С., Элементы полимерного разложения, McGraw Hill Company, Нью-Йорк, 1971.

[55] Симм Х., Каминский У. и Джонинг Дж., «Обработка пластических отходов и утильных покрышек в химическое сырье, в особенности пиролизом,» *Angew. Chem.*, том 15, 1976, стр. 661.

[56] Стивенс М. П., Описание характеристик и исследование полимеров газовой хроматографией, Marcel Dekker, Нью-Йорк, 1969.

[57] Труетт У. Л., Библиография пиролиза винильных и конденсированных полимеров, Wilks Scientific Corp., S. Norwalk, CT, 1977.

[58] ДеБлейз Ф. Дж. и Комптон С. В., «Инфракрасная эмиссионная спектроскопия: Теоретический и экспериментальный обзор», *Прикладная спектроскопия*, том 45, 1991, стр. 611.

Приложение Д.А
(информационное)

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

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

Обозначение и наименование международного стандарта, международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ASTM E 168-2006* Standard Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методик проведения инфракрасного количественного анализа)	IDT	СТ РК АСТМ Е 168* «Стандартные методы инфракрасного многомерного количественного анализа»
ASTM E 334-01(2007)* Standard Practice for General Techniques of Infrared Microanalysis (Процедуры для общих методов ИК микроанализа)	IDT	СТ РК АСТМ Е 334* Руководство по применению общей методики по инфракрасному микроанализу
ASTM E 932-89(2007)* Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Dispersive Infrared Spectrometers (Практика описания и измерения эффективности дисперсионных инфракрасных спектрометров)	IDT	СТ РК АСТМ Е 932* Спектрометры инфракрасные. Описание и определение эксплуатационных показателей
*Подлежит публикации		

УДК 664.1.543.573:006.354

МКС 71.040.50

Ключевые слова: спектроскопия полного отражения; спектроскопия диффузного отражения; одноразовые ИК (перфорационные) карты, DRIFT спектроскопия; эмиссионная спектроскопия; спектры эффлюента (фильтрата) газовой хроматографии; спектры газообразной фазы; нагретые газовые ячейки; инфракрасные спектры раствора; инфракрасная спектроскопия; латексные суспензии; спектры жидкой фазы; фотоакустическая спектроскопия; анализ полимера; качественный анализ методом инфракрасной спектроскопии; спектры твердой фазы, метод расщепленного растирочного материала, спектры паровой фазы.