



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

РУКОВОДСТВО ПО ПРИМЕНЕНИЮ ОБЩЕЙ МЕТОДИКИ ПО ИНФРАКРАСНОМУ МИКРОАНАЛИЗУ

СТ РК ASTM E 334-2011

*ASTM E 334-01(2007) Standard Practice for General
Techniques of Infrared Microanalysis (IDT)*

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на стандарте ASTM E 334-01 (2007) «Standard Practice for General Techniques of Infrared Microanalysis», авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением ASTM 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 334-01 (2007) Standard Practice for General Techniques of Infrared Microanalysis (Практическое руководство по применению общей методики по инфракрасному микроанализу), авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением ASTM Интернешнел.

ASTM E334 разработан подкомитетом E13.03 «Практическая инфракрасная спектроскопия» Комитета ASTM 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

**РУКОВОДСТВО ПО ПРИМЕНЕНИЮ ОБЩЕЙ МЕТОДИКИ ПО
ИНФРАКРАСНОМУ МИКРОАНАЛИЗУ**

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику проведения инфракрасной спектрофотометрии микрочастиц (частиц размером менее 1 мкг).

Настоящий стандарт является дополнением к ASTM E 168, ASTM E 573 и ASTM E 1252.

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

ASTM E 1252-98 (2007) Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методик получения инфракрасных спектров для качественного анализа).

ASTM E 1642-00 (2010) Standard Practice for General Techniques of Gas Chromatography Infrared (GC/IR) Analysis (Стандартный метод испытаний для общих методик газовой хроматографической инфракрасной спектроскопии (GC/ИК)).

ASTM E 2105-00 (2010) Standard Practice for General Techniques of Thermogravimetric Analysis (TGA) Coupled With Infrared Analysis (TGA/IR) (Стандартный метод испытаний для общих методик термогравиметрического анализа (TGA), объединенного с инфракрасной спектроскопией (TGA/ИК)).

ASTM E 2106-00 (2006) Standard Practice for General Techniques of Liquid Chromatography Infrared (LC/IR) and Size Exclusion Chromatography Infrared (SEC/IR) Analyses (Стандартный метод испытаний для общих методик анализов жидкостной хроматографией - инфракрасной спектроскопией (CL/ИК) и гель-хроматографией - инфракрасной спектроскопией (SEC/ИК)).

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

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, а также следующий термин с соответствующим определением:

Лучевой конденсор (Beam Condenser): Специальный прибор, разработанный для анализа мелких частиц, весом не более 1 мкг, или диаметром не более 2,0 мм.

4 Загрязнение

4.1 Загрязнение отрицательно сказывается на результатах любых видов испытаний.

Например, незначительные примеси в растворителе могут стать основными компонентами, сохранившимися в остатке после испарения растворителя. Материалы, извлеченные из материалов тонкослойной хроматографии, из бумаги, используемой в бумажной хроматографии и из твердых абсорбентов, в общем, могут содержать особые загрязняющие вещества, способные оказать отрицательное влияние на результат. Неподвижная среда в газовой хроматографии также может вызвать значительное загрязнение. Рассмотрение всех источников загрязнения должно всегда входить в результаты микроанализа. Ошибочные результаты могут быть сведены к минимуму при использовании чистых реактивов, соблюдении чрезвычайной осторожности при обработке образцов и частом использовании «контролей» в ходе разделения и последующей регистрации спектров.

5 Общие методы микроспектроскопии

5.1 Спектроскопические методы, используемые для исследования микрообразцов, являются адаптацией сопоставимых макрометодов, и многие из них были описаны в литературе [1], [2].

5.2 В компьютеризированных дисперсионных спектрометрах или преобразующих инфракрасных приборах Фурье, (FT-ИК), компьютер последовательно выполняет многократное сканирование, усреднение сигнала, вычитание спектральной поглощательной способности, и увеличение (шкалы) масштаба может очень эффективно использоваться для увеличения отношения наблюдаемого сигнала к шуму диапазона слабых частот и увеличения чувствительности [3], [4]. Вычитание спектральной поглощательной способности также обычно используется для устранения создаваемых помехи диапазонов частот из основы образца и таким образом уменьшения пределов обнаружения (см. ASTM E 168).

5.3 Использование ограничивающих апертур – отверстие держателей образца, используемое для микроспектроскопического анализа (без использования инфракрасного микроскопа), обычно значительно меньше луча в местоположении образца в приборе. Из-за этих небольших апертур, должны приниматься меры, с целью гарантирования, что будут получены спектры лучшего качества, а используемые методы будут зависеть от

типа используемого спектрометра. В общем, использование вспомогательного устройства, концентрирующего луч, существенно улучшит получаемые результаты (см. 5.4).

5.3.1 Когда используется двухлучевой дисперсионный спектрометр, который не оснащен для управления (контроля) миникомпьютером, опорный луч должен быть замаскирован для соответствующей апертуры. Это может быть выполнено при использовании непрозрачного листа из жесткого материала, перфорированного соответствующим отверстием, с эталонными экранами, или имеющимися в продаже оптическими аттенюаторами. Аттенюация (ослабление) опорного луча влияет на работу инструмента, и соответствующее регулирование параметров настройки прибора (то есть, расширение разрезов или увеличение усиления), необходимо для получения достоверных спектров на более низких энергетических уровнях. Повышение чувствительности может быть достигнуто параметром увеличения масштаба ординаты, имеющегося на большинстве спектрометров.

5.3.2 При использовании однолучевого спектрометра, фоновый спектр прибора должен быть зарегистрирован посредством апертуры в местоположении образца, который имеет размеры не более чем размеры образца. Указанное проводится посредством использования пустого держателя образца.

5.3.3 В некоторых спектрометрах ФТ-ИК, введение апертуры в местоположение образца в результате модификации оптического пути немного изменит наблюдаемые частотные положения диапазонов частот. Следовательно, образец и эталонная апертура должны быть тщательно выровнены в том же самом положении, особенно если требуется провести компьютерное дифференцирование.

5.3.4 Некоторые спектрометры ФТ-ИК (особенно те, которые оснащены охлажденными ртутно-кадмиево-теллуровыми (РКТ) детекторами), такие чувствительные, что при нормальных условиях работы (то есть, при исследовании макрообразцов или записи эталонного (опорного) однолучевого спектра) пропускная способность энергии прибора должна быть ограничена для того, чтобы избежать детекторной нелинейности [5]. Это происходит посредством введения отверстия или проволочного сита в путь луча. Когда применяется тот же прибор для исследования микрообразцов, при использовании держателя образца, который и есть отверстие, то ограничение пропускной способности должно быть снято.

5.3.5 При использовании инфракрасного микроскопа, необходимо записывать эталонный (стандартный) спектр через апертуру, которую используют для отдельного образца. Для этого наиболее удобно использовать визуальное наблюдение с целью выбора размера апертуры, необходимого для маскировки участка образца, представляющего интерес. Однолучевой спектр этого участка образца регистрируется, и затем позже регистрируют эталонный однолучевой фоновый спектр этого участка образца. Спектр пропускания (оптической плотности) образца получают путем использования прибора программного обеспечения с целью вычисления отношения двух однолучевых спектров.

5.4 Больших потерь энергии из-за лучевого ослабления можно избежать путем использования вспомогательного устройства для лучевой концентрации. Этот тип вспомогательного устройства разработан для концентрации луча излучения образца в область исследуемого вещества, составляющую 2 мм или менее, вмещающую микрообразец меньшего размера. Для большинства анализов микрообразцов подходит 4× лучевой конденсор.

5.4.1 Тепло, получаемое от концентрированного луча, может быть вредным для некоторых образцов, особенно в случае с некоторыми дисперсионными приборами. Если возникла такая трудность, тонкая германиевая пластина между исходным лучом и

образцом, или поток охлаждающего воздуха, направленного на образец, обеспечит некоторую защиту образца.

5.5 Исследование жидких образцов. Прямое исследование жидких образцов может быть проведено при использовании закупоренных микроячеек или ячеек с микрополостью, которые имеются в продаже и характеризуются небольшими апертурами и объемами порядка нескольких микролитров. Доступны для приобретения вспомогательные устройства для концентрации луча, с помощью которых можно разместить такие микроячейки. Объем съемных микроячеек, которые подходят для жидкостей с низкой летучестью составляет почти 0,5 мкл при сборке с 0.1-мм распоркой (прокладкой). Микроколичества нелетучих жидкостей могут легко быть исследованы при применении микроспектроскопии внутреннего отражения (ИКС), (см. ASTM E 573). Иногда наиболее удобным способом обращения с микроколичествами летучей жидкости является содержание их в газовой ячейке, имеющей большое отношение длины к объему, таким образом, чтобы материал исследовался в парообразной (газообразной) фазе.

5.6 Исследование твердых образцов. Наиболее удобные методы для обработки макроколичества твердых веществ одинаково применяются для количеств в микрограммах при использовании вспомогательного оборудования, показывающего в уменьшенном масштабе для количеств в микрограммах. Точно также как и для жидкостей, компенсация за ослабление луча образца или использование лучевого конденсора необходима для регистрации спектров; увеличение масштаба ординаты, множественное сканирование и сигнальное усреднение могут быть необходимы для повышения чувствительности.

ПРИМЕЧАНИЕ В продаже имеется ряд вспомогательного оборудования, такого как, например, держатели микромарли, держатели микропеллет, и т.п. Одно вспомогательное оборудование разработано для специальных приборов, а другое предназначено для общего пользования.

5.6.1 Небольшое количество тонко перемолотого порошка может быть растерто в веществе (реактиве), например, минеральном масле (нефти) и нанесено толстым слоем на небольшую пластину для образца, размером около 3 мм × 5 мм × 1 мм. Пластина для образца устанавливается в держателе насколько можно ближе к фокусу сходящегося излучающегося луча образца или в блоке концентрации луча.

5.6.2 Методы с использованием щелочно-галоидных дисков или пеллет очень важны при отборе микрообразцов. Могут потребоваться компромиссы в обычно рекомендуемых методиках для проведения анализа ультра-микрообразцов. Предпочтительно использовать галоид щелочи (щелочегалоид), который выдержан в сушильном шкафу при температуре от 105 °С до 110 °С. Контрольные образцы выдержанного галоида щелочи должны использоваться для получения эталонных спектров частоты, для того, чтобы избежать загрязнения.

5.6.3 Промышленные штампы (прессформы) для микропеллет обычно выпускают диски диаметром 0,5 мм или 1,5 мм. Стандартный размер 13-мм штампа может быть приспособлен для микропеллетного изделия путем перфорирования небольшой апертуры в диск, например, из фольги, манильской бумаги, промокательной бумаги, или фильтровальной бумаги толщиной 0,1 мм. Фольга или бумага служит в качестве держателя для пеллеты и может быть помещена над апертурой держателя микропеллеты или на блоке лучевого конденсора. Также могут использоваться имеющиеся в продаже свинцовые микродиски.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 В магазинах, в которые постоянно осуществляются поставки, имеются бумажные перфораторы соответствующих размеров и форм, которые подходят для изготовления таких апертур для микропеллет.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Апертура размером от 1 мм до 4 мм является почти минимальным размером, с которыми некоторые дисперсионные спектрометры могут правильно работать. Если используется вспомогательный прибор концентрации луча, то минимальная апертура уменьшается порядка до 0,5 мм - 1.0 мм в диаметре. На приборах с Фурье-преобразованием можно получить спектр через 0,5 мм апертуру, при необходимости, без использования лучевого конденсора.

5.6.4 Очень маленький образец можно сделать переносимым путем трения и/или истирания сухого порошка бромида калия (KBr). Следует использовать пеллету чистого KBr, а последующее измельчение должно быть сведено к минимуму, необходимому для рассеивания образца. Эта методика также полезна для удаления тонкого поверхностного слоя с твердого объекта.

5.6.5 Образец тонкослойного материала может быть получен путем трения поверхности тонкой наждачной бумагой или кремниевой карбидной бумагой. Спектр образца на поверхности бумаги получают использованием метода диффузионного отражения с помощью чистого кусочка тонкой наждачной бумаги или кремниевой карбидной бумаги, соответствующим образом использованной в качестве эталона.

5.6.6 Твердые материалы могут быть исследованы сначала путем растворения материала в растворителе (см. 5.7). Конечный раствор можно непосредственно исследовать или использовать для осаждения растворенного вещества в более удобное состояние для анализа, как например, в состояние тонкой пленки или галоидный порошок для приготовления пеллеты KBr или диффузного отражения. Тот же растворитель должен быть использован для получения спектра контроля растворителя, либо прямо, либо в виде осадка, соответствующим способом.

5.6.6.1 Предупреждение: Рекристаллизация растворителя или плавителя либо применение давления к образцам может вызвать изменения в кристаллической структуре материала и, следовательно, давать изменения наблюдаемому спектру.

5.6.7 Некоторые твердые вещества могут быть размягчены или расплавлены теплом путем сжатия между двумя небольшими нагретыми пластинами из KBr и затем исследованы в держателе съемной микроячейки (см. 5.6.6.1). Часто удобнее сначала выполнить операцию сжатия с образцом между двумя листами алюминиевой фольги с целью оказания большего давления. Тонкая пленка затем отделяется от фольги и изучается между солевыми отверстиями. Некоторые твердые образцы могут быть нарезаны в тонкие пластины, которые потом могут быть установлены в держателе микропеллета для последующего анализа.

5.6.8 Небольшие хлопья материала успешно изучены путем их выдерживания на солевой пластине, и затем помещения апертуры над образцом. Как солевую пластину, так и апертуру помещают в луч образца. Статические силы могут быть использованы с целью поддержания очень маленьких образцов внутри апертуры размером с булавочное отверстие. Прямой свет может наблюдаться под обоими видами размещения образцов, так как образец, как правило, не заполняет апертуру полностью. Улучшенные данные по спектру получают при помощи лучевого конденсора (см. 5.4) или, даже лучше, инфракрасного микроскопа (см. Раздел 11).

5.6.9 Образцы могут удерживаться между двумя тонкими листами полимерного материала, который обладает низкой инфракрасной спектральной поглощательной способностью на рассматриваемых частотах вместо расположения на поверхности солевой пластинки как в 5.6.6-5.6.8. Фторуглеродная лента может быть использована для получения спектров над большими частями средней инфракрасной области, тогда как

полиэтиленовая пленка пригодна для измерений дальней инфракрасной области спектра. Оба материала выдерживают влияние многих коррозионных образцов.

5.6.10 Другой метод для поддержания небольших твердых образцов в луче – это прикрепление их к прозрачной клейкой ленте и размещение апертуры над образцом. В этом случае, спектр клейкой ленты должен быть компенсирован либо путем размещения аналогичной апертуры, покрытой клейкой лентой в опорном (эталонном) луче или компьютерным вычитанием спектра клейкой ленты, собранного аналогичным способом как образец.

5.6.11 Чтобы избежать необходимости компьютерного вычитания спектра клейкой ленты упомянутого в 5.6.10, небольшие части солевого отверстия могут быть использованы для установления микрообразцов сразу же за апертурой. Кусочки соли откалывают от используемого кристалла с помощью лезвия бритвы. Они могут быть размером 1 мм² или 2 мм². Перенести несколько частиц клейкого вещества из (предпочтительно старого) куса клейкой ленты, используя щуп, на края этого солевого покрытия. Установить образец над апертурой и накрыть солевой пластиной. Прижать солевое покрытие к апертуре так, чтобы клейкое вещество держалось на его месте. Клейкое вещество от использованного куса ленты позволит с легкостью удалить покрытие после того, как сбор образца будет завершен.

5.6.12 При использовании ИКС с небольшим образцом, оптимальные результаты будут получены если небольшой образец устанавливается поперек ширины элемента внутреннего отражения (ИКЕ). В случае очень маленьких образцов, оптимальные результаты будут получены путем размещения образца в месте, куда падает луч, так, чтобы первое отражение было сконцентрировано в местоположении образца (см. ASTM E 573).

5.6.12.1 Вспомогательное микрооборудование ИКС также имеется в продаже и обычно на него ссылаются как на вспомогательное оборудование «микро-ATR». ИКЕ этого вспомогательного оборудования составляет только от 1 мм до 3 мм в диаметре эффективной областью отбора образцов от 0,5 мм до 2,0 мм в диаметре, позволяя анализировать образцы меньшего размера и, с при помощи алмазного ИКЕ, более высокого давления в зоне контакта.

5.6.12.2 Должны соблюдаться особые меры предосторожности при использовании этих видов вспомогательного оборудования. Разработка вспомогательного оборудования предотвращает управление углом падающего луча, проникающего на кристаллическую поверхность ИКЕ, таким образом, некоторое количество углов падения лучей направлено на поверхность раздела кристалл - образец. Получающиеся в результате спектры не могут быть непосредственно сравнимы со спектрами, собранными из вспомогательного оборудования, управляемого падающим углом ИКЕ или спектров, собранных пропусканием (передачей). К тому же, если активная область отбора образцов (от 0,5 мм до 2,0 мм) не полностью заполнена образцом, то есть, образец меньше, чем кристаллическая поверхность, эффекты рассеянного светового излучения может исказить спектр. В обоих случаях, "стандартный" алгоритм ATR коррекции не достаточен, чтобы учесть эти эффекты и может привести к еще более ошибочным результатам.

5.6.13 В случае труднообрабатываемых твердых образцов, может быть использована ячейка алмазной наковальни с высоким давлением для сдавливания (сжатия) образцов до подходящей толщины. В то время как стоимость ячейки алмазной наковальни высока, часто это является предпочтительным методом для уменьшения толщины образцов, не уступающим простым методам. Апертура ячейки небольшая, поэтому необходимо использовать вспомогательный прибор для концентрирования луча, или еще лучше инфракрасный микроскоп для получения спектров лучшего качества. Однако здесь

следует привести несколько комментариев. Алмаз поглощает энергию строго между 1900 см^{-1} и 2300 см^{-1} , что, таким образом, делает это вспомогательное устройство непригодным для исследования образцов, которые обладают значительной поглощающей способностью в этой области. С другой стороны, алмаз является материалом с хорошим полем зрения дальней инфракрасной области спектра, что позволяет регистрировать спектры ниже 50 см^{-1} , используя лучевой конденсор и спектрометр, оснащенный соответствующим образом. Сжатие образца в ячейке может изменить морфологию и любое упорядочение в структуре образца (см. 5.6.6.1).

5.7 Исследование растворов. В некоторых примерах, растворы жидкостей или твердых веществ преимущественно используются для регистрации спектров. Приготовление растворов в микроколичествах имеет присущие трудности, и растворители обычно затемняют некоторые части спектра. Некоторые из этих помех могут быть устранены компьютерным вычитанием или двухлучевыми методами. Аккуратный выбор длины пути пропускающей ячейки или, с помощью IRS, тип с использованием ИКЕ, позволяет разбавлять растворы (даже в воде) для непосредственного исследования, используя ФТ-ИК спектрометр или компьютеризированный дисперсионный спектрометр. В общем, образцы контролей-растворителей необходимо в такой же мере исследовать, как и получаемые растворы, для того, чтобы определить присутствие загрязняющих веществ.

5.7.1 Раствор может быть использован для приготовления микропленки растворенного вещества на небольшом окне (приблизительно $8\text{ мм} \times 8\text{ мм} \times 2\text{ мм}$), которое осторожно оцарапано для того, чтобы образец был заключен в небольшом участке (3 мм на 3 мм или меньше, если используется ФТ-ИК). Следует отметить, что окно должно быть сделано из материала, который не будет повреждаться при использовании растворителя. Конденсаторы от микропиролиза (капиллярной шкалы) могут также быть использованы аналогичным способом. В качестве альтернативы, нанесение можно осуществлять непосредственно на микро АТР и спектр, получаемый IRS (спектроскопией внутреннего отражения).

5.7.2 Небольшое количество раствора может быть нанесено на солевое окно, при использовании капилляра. В этом случае, капиллярность может быть использована для сбора капель раствора. Когда конец трубки вводят в контакт с окном, раствор должен частично вытечь на поверхность окна. Растворитель затем может испариться, оставив остаточное растворенное вещество в виде микропленки. Если необходимо, капилляр (капиллярная трубка) может быть оснащен резиновым сосудом для того, чтобы можно было отобрать в трубку большее количество образца или же можно использовать тонкую пипетку Пастера.

5.7.3 Раствор можно выпарить в порошкообразное твердое вещество, как например, хлористый калий (KCl) при использовании методов рассеянного отражения. Полученный порошок исследуется в микрочашке с диффузным отражением.

5.7.4 В качестве альтернативы раствор может быть выпарен в сухой порошок KBr, который затем может использоваться для приготовления микропеллеты KBr (как в 5.6.2 - 5.6.4).

5.7.5 В другой методике используют пористый треугольник прессованного KBr в стеклянной пробирке с пробкой, имеющей небольшое отверстие в пробке. Раствору дают испариться через вершину треугольника KBr, оставляя растворенное вещество. Таким образом, проводят фильтрацию адсорбента и нанесение образца на KBr одним этапом. Вершина треугольника (после испарения растворителя) используется для приготовления микропеллеты KBr. По предпочтению, метод диффузного отражения может использоваться для получения спектра растворенного вещества в KBr.

ПРИМЕЧАНИЕ Соответствующая промышленная версия треугольника КВг доступна

5.7.6 Микрокапиллярная щетка может быть использована для обработки небольших объемов растворителя (см. Примечание) а также для нанесения слоя на сравнительно небольшую область солевого кристалла. Когда микрокапиллярную щетку, содержащую раствор летучего растворителя и менее летучее растворенное вещество, устанавливают на поверхности солевой пластины, то щетинки микрощетки удерживают жидкость на небольшом участке. Неиспаряющееся растворенное вещество, таким образом, может быть нанесено на ограниченную область соляной пластины, готовое для анализа. Работая под стереомикроскопом, нанести растворитель на кристалл, дотрагиваясь только стеклянными волокнами кристалла [6].

Делая небольшую выемку в кристалле с помощью кончика иглы, щуп поможет удерживать растворитель в ограниченном пространстве.

ПРИМЕЧАНИЕ Нижеследующее является методикой для получения микрокапиллярной щетки. Вставьте пучок из 20-30 прозрачных шерстяных волокон в конец тонкостенной микрокапиллярной трубки. Повертеть одной стороной трубки у пламени микрогорелки, пока волокна не будут вплавлены к этой стороне трубки. (На это может уйти несколько попыток, так как очень легко опалить волокна, если их слишком близко поднести к огню). Как только волокна будут прикреплены к стороне трубки, отрезать почти все волокна, оставив только несколько миллиметров.

5.7.7 На практике, если остается незначительное количество остатка в растворителе, то он осаждается на конце волокон. Желательно чтобы растворенное вещество затем можно было удалить, накатывая на поверхность окна инфракрасной передачи и устанавливая над апертурой для исследования. Прием «капнуть и засосать» может быть использован одним из этих капилляров щетки. Щетку используют для повторного нанесения раствора на кристалл на небольшой участок для получения максимальной чувствительности. Используют апертуру соответствующего размера для того, чтобы замаскировать остальную часть кристалла или исследовать образец, используя инфракрасный микроскоп.

5.7.8 Методика включения микрограммных образцов в галоиды щелочи лиофилизацией (сублимационной сушкой) действует хорошо, хотя необходимы некоторые дополнительные меры предосторожности. Лيوфилизация - удаление растворителя из смеси методом низкотемпературной сублимации, обычно проводимой в условиях вакуума.

Спектры лиофилизированных материалов часто отличаются от того же самого материала, который просто размалывается с галоидом щелочи. Грунтовка трубки лиофилизации замороженным слоем водного раствора галоида щелочи сводит к минимуму потери некоторых типов образцов из-за поверхностного поглощения на стеклянных поверхностях. Загрязнение часто возникает из-за этой процедуры (например, из-за перетекания со стороны подачи на сторону всасывания насоса) и должно проверяться использованием только контролем порошка галоида щелочи. Следует отметить, что некоторые твердые вещества имеют достаточное давление пара, для того, чтобы небольшой образец был уменьшен или даже удален при обработке в ходе лиофилизации.

5.8 Микропиролиз твердых образцов. Пиролиз часто используется для получения спектров из материалов подобных резине, наполненной углеродом, которые являются светонепроницаемыми или сильно заполнены, чтобы получить спектры другими методами. Оптимальный метод, используемый для пиролиза образца, будет зависеть от его размера.

5.8.1 Самый простой метод для микропиролиза включает в себя использование одноразовой пипетки. Образец вводится в пипетку и прокатывается до области горлышка, и большой конец запечатывается на небольшом пламени. При охлаждении запечатанного конца, полимер помещают в этот конец. Образец осторожно нагревают, получая продукты пиролиза, которые конденсируются на стенках пипетки. Часть пипетки, содержащей пепел, затем удаляют методом надрезания между пеплом и конденсатом и разбитием трубки. Капелька растворителя может быть, затем добавлена, при промывке всего пиролизата на солевую пластинку для анализа.

5.8.2 Очень маленькое количество материала может быть пиролизировано в капиллярную трубку вместо пипетки, упомянутой в 5.8.1.

5.8.3 Микрокапиллярная щетка (см. 5.7.6), может быть использована для получения спектра от фрагмента, который слишком мал, для получения достаточного количества пиролизата обычным пиролизным анализом. Фрагмент помещают в конце капиллярной щетки, где нет волокон, и продвигают его к центру трубки. Конец трубки запечатывают. Затем трубку держат, вращая над микропламенем, чтобы пиролизировать образец, осторожно, чтобы не расплавить трубку. Запечатанный конец трубки, содержащий пепел, отрезают, вводят микрокаплю чистого растворителя в трубку, чтобы растворить пиролизат, и затем щетку используют для помещения содержимого на кристалл.

5.9 Интерес к спариванию методов хроматографии с ФТ-ИК-спектроскопией возникает из необходимости разделения и определения элюированных компонентов смесей. Методы хроматографии, обычно используемые вместе с ФТ-ИК анализом компонентов - это газовая хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, сверхкритическая жидкостная хроматография и тонкослойная бумажная хроматография (соответственно известные как GC, HPLC, SFC, и TLC) и бумажная хроматография. Для GC и SFC определение обычно проводится в реальном времени с использованием ФТ-ИК спектрометра, в то время как анализ соединений, разделяемых другими методами хроматографии, может проводиться в автономном режиме. Для получения более подробных инструкций относительно практического руководства GC/ИК и LC/ИК, см. ASTM E 1642 и ASTM E 2106.

6 Анализ фракций газовой хроматографии [7-9]

6.1 Фракции газовой хроматографии, как правило, непосредственно изучаются как газы в комбинированной системе GC/FT, в которой газовый хроматограф подсоединяется прямо к ФТ-ИК спектрометру и разделяемые компоненты анализируются в газовой фазе, когда при их выходе из GC колонки (см. ASTM E 1642).

6.2 Фракции газовой хроматографии могут также улавливаться отдельно для последующего инфракрасного анализа пропусканием потока, выходящего с выпускной линии хроматографа посредством растворителя, порошкообразного твердого вещества или охлаждаемой ловушки [7]. Альтернативные процедуры для GC/FT-ИК обнаружения включают улавливание количеств элюата GC при низких температурах по [10], [11], [12]. Некоторые, доступные в продаже, криогенные системы могут обеспечить пределы обнаружения на субнанограммовом уровне.

ПРИМЕЧАНИЕ Следует допустить, что все фракции, получаемые использованием охлаждающей ловушки, являются множественными компонентами, если не доказано обратное.

7 Анализ фракций жидкостной хроматографии

7.1 Существует множество показателей, которые следует учитывать при объединении жидкостной хроматографии и ФТ-ИК. Эффлюент LC может быть непосредственно присоединен к спектрометру ФТ-ИК, при использовании потока через ячейки [13] или специализированное вспомогательное оборудование ИКЕ [14]. В качестве альтернативы эффлюент LC может быть осажден на инфракрасные пропускающие порошки [15] или движущиеся субстраты [16] для анализа методом спектроскопии диффузного отражения или поглощения отражения. Имеющиеся в продаже системы LC/ИК могут предложить пределы обнаружения на микрограммном уровне (на уровне малых количеств) для широкого диапазона разделения (см. ASTM E 2106).

7.2 Следует соблюдать осторожность при интерпретации результатов LC/ИК, так как влияние растворителя может затемнить критические области спектра, необходимые для правильного определения и интерпретации спектра анализируемого вещества. Перекрестное загрязнение и расширение пика также более широко распространено на поверхности разделов LC/ИК.

7.3 Сверхкритическая жидкостная хроматография (SFC) также может быть соединена с ФТ-ИК спектрометром [17]. Существуют проточные ячейки с большим давлением или растворяющие системы, предлагая пределы обнаружения между 10 нг и 40 нг.

8 Анализ фракций тонкослойной хроматографии

8.1 Участки, содержащие компоненты, представляющие интерес, а также, соответствующий абсорбент, обычно собирают методом их соскабливания с пластины; компоненты могут быть восстановлены извлечением с помощью соответствующего инфракрасного растворителя, а спектр раствора может быть определен обычными методами. По желанию, спектр анализируемого вещества может быть получен после перенесения в пористый треугольник KBr (см. 5.7.5).

8.2 Экстракция участка обычно требуется перед спектральным определением рассматриваемого компонента, поскольку обычные поглотители TLC (силикагель и оксид алюминия) - инфракрасные адсорбенты. Бромистый калий (KBr) может быть использован в качестве поглотителя для некоторых систем. Когда области KBr, содержащие компоненты, представляющие интерес, определены, адсорбент, как и прежде, восстанавливают, и либо обычным способом готовят пеллету KBr, либо получают спектр методом диффузного отражения. Описана автоматизированная система извлечения для анализа рассеянным (диффузным) отражением [18].

ПРИМЕЧАНИЕ Количество аналита (анализируемого вещества), получаемого из любого одного участка, может быть недостаточным для получения приемлемого спектра. В этом случае обычно необходимо в виде полос нанести образец на предварительные пластины TLC и восстановить полностью извлекаемую из адсорбента зону, в которой расположены искомые компоненты. Программное многократное развитие, форма TLC, в котором проводят хроматографию при использовании нескольких разработок, часто сконцентрирована на участках TLC образца, таким образом, что имеется достаточное количество материала для выявления идентичного ИК спектра.

8.3 Количественная или полуколичественная оценка концентрации может быть получена из прямого сравнения значений неизвестного образца со значениями, полученными для эталонного образца.

9 Анализ фракций бумажной хроматографии

9.1 Зоны (участки), рассматриваемые в бумажной хроматографии, вырезаются из бумаги. Эти фракции могут быть восстановлены растворителями, как в 8.2, или могут исследоваться на месте нахождения (in-situ), при использовании методов инфракрасного отражения. Для последнего метода, спектральное вычитание используется для устранения с бумажной основы. Эталонный спектр, используемый для вычитания, должен быть получен из части бумаги, которая обрабатывалась использованным растворителем.

10 Анализ газов, выделяющихся из термогравиметрического анализатора

10.1 В то время как образец нагревают в управляемой атмосфере в эксперименте TGA, из образца во время потери веса могут выделяться газы. Выделенные газы могут быть собраны в сконденсированной фазе или пропущены через линию передачи в ячейку для газового анализа [19, 20]. Вспомогательное оборудование TGA/FT-ИК доступно для спектрометров FT-ИК, а также доступны некоторые комбинированные приборы TGA/FT-ИК. Таким оборудованием возможно измерение эволюции некоторых отдельных газов, даже если они выделяются как часть смеси. Обнаружение количеств в мкг выделенных газов может проводить спектрометром FT-ИК, что представляет потерю 0,01 % веса из 10-мг образца (см. ASTM E 2105).

11 Инфракрасная спектроскопия с использованием микроскопа [21-23]

ПРИМЕЧАНИЕ Названия, которые были использованы при ссылке на настоящую методику, включают в себя визуальную инфракрасную микроспектроскопию, инфракрасную микроспектрометрию, инфракрасную микроспектроскопию, и микро ИК. Инфракрасная ультромикроспектрометрия (или ультрамикроспектроскопия) относится к специальному методу, в котором образец физически маскируется (скрывается) до уровня ниже дифракционного предела (менее 20 мкм).

11.1 Спектры, собираемые вспомогательными устройствами инфракрасного микроскопа, могут отличаться от обычных спектров в нескольких важных аспектах. Следовательно, следует соблюдать осторожность при документировании условий эксперимента, соблюдаемых при получении инфракрасной спектрометрии спектров. Наиболее важное различие представлено в том факте, что на спектры могут повлиять дифракционные свойства инфракрасного излучения. Измеряемое поперечное сечение образцов по размеру может быть одинаково с длиной волны излучения, используемого для их анализа. Так как область образца определяется маскировкой на плоскости изображения, и дифракция излучения влияет на регистрируемые спектры, это может вызвать искажения формы зоны или относительной интенсивности, или их обоих.

11.1.1 Экспериментальные параметры, которые должны регистрироваться при опубликовании результатов изучения инфракрасной области спектра при использовании микроскопа:

(1) область анализируемого образца, (2) размер и вид детекторного элемента, (3) были ли спектры получены при использовании способа передачи (пропускания) или отражения (4) геометрия образца и метод подготовки, а также (5) форма, размещение, и тип используемых масок плоскостей изображения. Важные инструментальные условия, которые также должны регистрироваться – это спектральное разрешение, время сбора данных, и природа эталонного фонового спектра. Следует помнить, что также очень важно регистрировать любую компьютерную обработку спектра, как например, базовую коррекцию и вычитание.

11.1.2 Пространственное определение области отбора образцов, получаемое микроскопом при использовании инфракрасного излучения, ограничивается эффектами дифракции, возникающими из сравнительно большой длины входящих волн или излучения. Этот эффект дифракции зависит от длины волны и, таким образом, особенно заметен ниже частоты 1000 см^{-1} (10 мкм). Область образца, с которой собирают излучение, увеличивается с длиной волны, и таким образом полученный спектр представляет значительно большую область с увеличением длины волны.

ПРИМЕЧАНИЕ Энергия из точки при получении изображения оптической системой, попадает не на точку, а скорее на центральный яркий участок, за которым следуют темные и яркие кольца [21]. Яркие кольца называются лепестками или стручками, и они содержат энергию от первоначальной точки. Для любой не затемняющей оптической системы изображения системы, приблизительно 85 % энергии является максимальным центром образца. (Объективы, используемые для инфракрасных микроскопов, имеют центральное затемнение, которое уменьшает явную энергию в этой зоне обычно на 10 %). Оставшаяся инфракрасная энергия ложится на яркие кольца, которые будут вне оптического изображения и таким образом могут быть поглощены непредвиденными частями любого образца, который больше, чем используемая апертура. Для того, чтобы проиллюстрировать, что же означает предел разрешения для инфракрасной микроспектрометрии, рассматривают самую длинную инфракрасную длину волны, представляющую интерес, например, 20 мкм (частота 500 см^{-1}). Когда эта длина волны используется в уравнении дифракции [21], вместе с числовой апертурой 0,5, вычисления указывают на то, что для точечного источника первое темное кольцо возникает на 24 мкм от края образца. Последующие темные кольца появляются на 44 мкм , 64 мкм и 84 мкм . Приблизительно 5 % энергии от точечного источника все же присутствует за четвертым темным кольцом. На практике, конечно, используемый источник должен иметь значительный размер.

11.2 Комплектующие изделия микроскопа имеются в продаже, что позволяет регистрировать спектр методом пропускания, когда луч проходит через плоскость образца, или методом отражения, когда луч отражает плоскость образца. Отражение может возникнуть на поверхности образца, из-за поддержания отражательной способности или иногда в обеих плоскостях.

11.3 Все имеющиеся в продаже комплектующие детали микроскопа для инфракрасной микроспектроскопии позволяют располагать апертуру различного размера на плоскости или плоскостях изображения образца на оптическом пути микроскопа. Функция этой апертуры заключается в ограничении площади изучаемого образца. Плоскость изображения, где устанавливают дистанционную апертуру, является оптически сопряженным объектом плоскости образца, связанным с размером посредством увеличения оптической системы. Таким образом, относительно большая апертура может быть использована для маскировки небольших размеров образца. Различные круглые и прямоугольные апертуры доступны для пользователя. Размеры апертуры следует подбирать так, чтобы соответствовать форме желаемой области образца, насколько это возможно. Это особенно важно для фотометрической точности при записи спектров небольших образцов. Излучение, достигающее детектора, которое не проходит через образец, будет вызывать искажения в относительной интенсивности поглощения.

11.4 Дополнительная маска отдаленного образа может быть установлена в плоскости изображения перед образцом, так, чтобы апертура находилась перед образцом и за ним. Эта апертура должна быть того же размера, что и ограничивающая апертура, которая упоминалась в 11.3. При использовании режима отражения микроскопа, оснащенного двойным дистанционным маскированием образца, излучение, как правило, проходит через ту же апертуру до того как достичь образца, также как и после отражения от поверхности образца (то есть, одна апертура выполняет обе функции).

11.5 Очень важно чтобы оптическая юстировка микроскопа инфракрасной передачи поддерживалось надлежащим образом для того чтобы получить хорошие результаты. Как

траектория инфракрасного, так и видимого луча всегда должна лежать на одной прямой (колинеарной) и находиться в одном фокусе; иначе спектры могут быть зарегистрированы с области, отличной от визуально исследуемой области. В методику юстировки микроскопа, работающего в режиме передачи, входит использование небольшой апертуры, 100 - мкм микроотверстия в местоположении образца. При этой 100 - мкм апертуре, установленной в местоположении образца, вставить одну или обе дистанционные апертуры одинакового размера в апертуру в плоскости образца и визуально провести юстировку этих апертур таким образом, чтобы они все совпадали. Перейти в инфракрасный режим и максимизировать инфракрасную энергию посредством этих апертур, следуя инструкциям изготовителя. После этой регулировки проверить, а также проверять через равные интервалы времени, чтобы видимый свет и инфракрасное излучение все еще были колинеарны.

11.5.1 Особую важность представляет концентрация основного и вспомогательного зеркал кассегреновского объектива или конденсора, или их обоих. Кроме случаев абсолютной необходимости, без специальных соответствующих инструкций для проведения надлежащей юстировки, регулировки оптической системы инфракрасного микроскопа осуществлять не следует.

11.6 Анализ обработки образцов:

11.6.1 В то время как использование микроскопа для инфракрасного отбора образцов упрощает анализ многих образцов, подготовка образцов является решающей для получения желаемого спектрального измерения.

11.6.2 Сбор, обработка и установка микроскопических образцов должны учитываться на основе размеров образцов, необходимых для ИК спектральных измерений. Для ИК спектрального измерения органических материалов в режиме передачи, наиболее желательная толщина составляет от 5 мкм до 20 мкм. Плотные образцы приводят как к потере мелких подробностей в зоне поглощения, так и к искажениям коэффициента поглощения. В то время как могут быть исследованы зоны взятия образцов 10 мкм на 10 мкм, зоны больших размеров предоставляют данные о спектре, такие как отношения «сигнал - шум». Для минимизации дифракционных влияний, наименьший размер образца должен примерно быть в пять раз больше длины волны, представляющей интерес при использовании единственной маски и в два раза больше длины волны при использовании масок дистанционного изображения (смотреть Примечание). Если возможно, следует отбирать тонкий однородный образец как можно с большей площадью. Максимальная область образца определяется оптической системой микроскопа/спектрометра и размером детекторного элемента. В большинстве текущих систем ИК - микроскопов, максимальная площадь образца составляет 250 мкм на 250 мкм, даже если образцы могут быть во много раз больше этого размера.

ПРИМЕЧАНИЕ Действительные значения размеров образцов для минимизации дифракционных увеличений, зависят от числовой апертуры объектива используемого микроскопа. Например, при числовой апертуре 0,5 размер образца будет в пять раз больше длины волны для системы с одной апертурой и в 2,5 раза больше длины волны для микроскопа с двойными дистанционными масками изображений приведет приблизительно к 95 % падающего излучения, проходящего через определенную площадь образца. При объективе с числовой апертурой 0,25 будут соблюдаться те же условия при размерах образца приблизительно в десять и пять раз превышающих длину волны, соответственно.

11.6.3 Сбор, установка и утончение образцов для микроспектрального измерения требует специальных методов и инструментов. Так как самая большая площадь, которая может исследоваться под ИК – микроскопом, имеет разрешение для невооруженного глаза человека, то приготовление образца осуществляется в основном с помощью

использования бинокулярного микроскопа. Значения от $7 \times$ до $20 \times$ наиболее приемлемы для размещения и установки образцов для анализа. Тонкие иглы, пинцеты, копьевидные щупы (пробники), лезвия бритв и рассевы (сита), являются необходимыми инструментами для извлечения и обработки образцов. Ролики, прессы, ступени компрессии и микротомы используются для уменьшения толщины образцов. Эти инструменты и методы изложены в следующих разделах.

11.6.4 Жидкие и твердые образцы часто устанавливаются на тонкие солевые окна. Лучшие спектры получают, когда окна достаточно тонкие, т.к. это оказывает наименьшее влияние на оптическую систему микроскопа. Соль или KCl можно расколоть для получения окон с поверхностными отверстиями в несколько миллиметров и толщиной от 1 мм до 2 мм. Указанные солевые пластины легко раскалываются для того, чтобы рассортировать по размеру лезвием бритвы с одним краем и рукояткой отвертки. Лезвие бритвы располагают на поверхности соли, параллельно выступающему краю излома. Рукояткой отвертки потихоньку стучат по заднему краю лезвия бритвы, что приводит к раскалыванию кристалла лезвием. Очень удобно установить эти маленькие кристаллы над отверстием в куске картона или при использовании небольшого количества нитроцеллюлозного клея или над отверстием в тонкой алюминиевой пластине небольшим количеством каучукового клея.

11.6.5 Твердые частицы легко помещаются на солевую пластину вольфрамовой иглой с тонким концом (см. 11.6.10). Если частицы достаточно тонкие, их нужно поместить только на поверхность солевой пластины. Иглой удобно наносить отметки на поверхности солевой пластины для получения простой карты так, чтобы частица могла быть с легкостью обнаружена под микроскопом. Если небольшой образец достаточно толстый, для уменьшения его толщины может применяться множество методов.

11.6.6 Микропипетки удобны для нанесения небольших количеств реактивов, связующих веществ и растворителей на солевые пластины с целью обработки образца. Стекланные микропипетки могут быть приобретены у нескольких поставщиков или быть изготовлены путем уменьшения диаметра стеклянной трубки при использовании традиционных стеклодувных методов. Микропипетки также удобны для нанесения небольшого количества жидкости на поверхность солевой пластины для анализа. Альтернативным методом для нанесения жидкости на солевую пластину, является выпаривание раствора жидкости на поверхности солевой пластины из микрошетки (см. 5.7.6).

11.6.7 Когда исследуются небольшие количества жидкости, их следует хранить в ограниченной области солевой пластины, иначе анализ будет очень трудным. Одной из методик хранения является пробивание поверхности солевой пластины в небольшой области повторяющимися ударами этой области концом небольшого микроштыря. Получающиеся маленькие кристаллы соли оставляют в небольшом отсеке, после чего в этот отсек добавляют жидкость. Капиллярные пространства между частицами удерживают жидкость на месте, сводя к минимуму разбрызгивание.

11.6.8 Помещение микросреза соли на поверхность чего-нибудь, что больше солевой пластины, является другой приемлемой методикой для исследования небольших количеств жидкости. Затем жидкости дают течь между этими солевыми пластинами путем капиллярности, при этом жидкость подают микропипеткой к краю соединения двух солевых пластин.

11.6.9 Разбрызгивание капель жидкости может быть сведено к минимуму путем установки солевой пластины на слегка нагреваемую поверхность небольшого металлического диска, что подает дополнительное тепло к наружной части солевой пластины и немного меньше тепла вблизи центра солевой пластины. Результатом является

то, что капля загоняется в направлении к центру. Применение этого метода часто может свести к минимуму разбрызгивание, таким образом, что из небольших количеств жидкости может быть получен хороший инфракрасный спектр.

11.6.19 Вольфрамовые иглы с тонким концом

11.6.10.1 Иглы из вольфрамовой нити с тонким концом удобны для извлечения и обработки микроскопических образцов для ИК микроскопии. Вольфрамовые микрощупы могут быть приобретены из нескольких источников. Такие микрощупы сравнительно легко изготовить или перезаточить. Вольфрамовая нить с диаметром приблизительно 22 вводится в ручные прутковые тиски. Для облегчения использования эти ручные прутковые тиски не должны превышать 6 дюймов в длине, и 5 дюймов является лучшим размером для большинства пользователей. Вольфрамовые иглы заостряют химическим или электролитическим травлением.

11.6.10.2 Метод 1 - Химическое травление. Вольфрамовую нить химически протравливают нитритом натрия (или аммония) для получения иглы с гладким, тонким, жестким концом (Предупреждение: см. 11.6.10.3). Начинают с помещения нескольких граммов нитрита натрия в небольшой тигель. Так как реакция между нитритом натрия и вольфрамом является высоко экзотермической, этот тигель должен иметь ручку или его следует держать клещевым захватом. Один конец короткой длины 5 см (2 дюйма) вольфрамовой нити диаметром от 18 до 22 нагревают в пламени и затем бросают в нитрит натрия. При протекании реакции протравливания можно увидеть длительное накаливание. Повторное окунание нити в плав от накаливания, получаемый в результате этой реакции, приведет к получению тонкого конца. Это также можно провести путем размещения фрагмента нитрита натрия на горелке типа Мекер, позволяя соли растаять. Иглу затем нагревают в пламени и протягивают через расплавленный нитрит натрия. Другой методикой является выдерживание палочки из нитрита натрия у конца пламени и, после нагрева иглы в пламени, протягивание ее через расплавленный конец палочки из нитрита натрия. Остаток соли, оставшийся на кончике иглы может быть удален промыванием водой.

11.6.10.3 Предупреждение: Реакция между вольфрамом и нитритом натрия очень экзотермична и может привести к разбрызгиванию материала. Необходимо защищать глаза.

11.6.10.4 Метод 2 – Электролитическое травление. Вольфрамовая нить будет протравливаться для получения кончика с острым концом в электролите гидроксида калия или натрия в от 6 В до 12 В постоянного или переменного тока. При использовании переменного тока положительный вывод от электроснабжения прикрепляется к вольфрамовой нити, в то время как углеродный электрод лучше всего подходит в качестве отрицательного электрода. Степень травления контролируется текущим потоком. Повторное погружение рекомендуется до тех пор, пока не сформируется желаемый конец. По истечении нескольких минут будет получена игла с довольно тонким концом.

11.6.10.5 При использовании, эти иглы обычно устанавливаются в держатель иглы. Для удобства рекомендуется, чтобы оба конца нити были остроконечными, таким образом, чтобы иглу при установке можно было перевернуть при повреждении первого конца.

11.6.11 Микрощетки. Микрощетки очень удобны для обработки небольших количеств жидкости. См. 5.7.6 по поводу их использования и изготовления.

11.7 Методики для утончения образцов. Микрочастицы обычно являются очень толстыми для того, чтобы получить инфракрасные спектры хорошего качества. В таком случае рекомендуется утончить их до тех пор, пока их поглощение в инфракрасной области спектра не будет иметь максимум около одного. Образцы, которые имеют

слишком большую толщину, могут быть раздавлены до толщины, более подходящей для инфракрасной спектроскопии. Так как размеры длины и ширины образцов для спектроскопического анализа обычно являются совсем маленькими, для уплотнения материалов требуется применять только умеренные силы. Это часто можно осуществить под стерео микроскопом с использованием микрощупа. В случае с липким образцом, это можно осуществить на небольшом солевом окне. Если образец твердый, то на твердой поверхности следует провести прокатывание (вальцевание) и затем перевести в соответствующее количество. Для этой цели годится металлическая (или фольговая) поверхность, но, если образец по цвету – светлый, то плоский черный колпачок от склянки позволит во время операции провести лучшее визуальное наблюдение. Следует отметить, что любая попытка с применением давления может привести к морфологическим изменениям образца.

11.7.1 Сдавливание между полированными металлическими пластинами. Образец может быть помещен для сдавливания между гладкими наковальнями прессы KBr пеллеты, без KBr. Утонченный образец может либо быть содран со столика (прибора) иглой или скальпелем и помещен на держатель образца для анализа передачи или измерен в режиме отражения непосредственно на наковальне. Чистая область наковальни используется как эталон и регистрируется спектр отражения/поглощения.

11.7.2 Сдавливание в ячейке алмазной наковальни. – см. 5.6.13.

11.7.3 Сжатие образцов между отверстиями ИК-передачи (пропускания инфракрасной области спектра). Так как микроскопические образцы малы, то требуется небольшое усилие для сжатия образцов для уменьшения их толщины с целью спектрального измерения. Многие материалы для окон ИК – передачи могут быть использованы для сжатия микрообразцов. Фторид бария, KRS – 5, бромид калия, хлорид натрия, селенид цинка и сульфид цинка с успехом использовались для образцов резиновых (каучуковых), пластиковых, волокнистых и органических кристаллических материалов. Просто сжатие двух окон вместе, с образцом между ними, сжимает образец и обеспечивает оптический контакт между отверстиями и образцом, таким образом, уменьшая поверхностные потери. В этом методе для более твердых материалов, а также растворов воды, рекомендуются 2-мм окна из фторида бария. В то время как окна толщиной 2 мм из хлорида натрия, бромида калия и KRS – 5 обеспечивают более широкий диапазон пропускания, то они более мягкие и меньше используются для сжатия образцов. Если собираются исследовать эластичный образец и при этом не имеется в наличии устройства для последовательного применения давления к солевой пластине, то можно применить другую методику. Эластичный образец помещают между двумя солевыми пластинами. Пластины сдавливаются верхним концом щупа, вызывая утончение образца. В то время как сохраняют давление на образце, небольшие количества связующего вещества, как например, вязкий раствор нитроцеллюлозы, может быть нанесен на края солевых пластин. После того, как нитроцеллюлозное связующее вещество высохнет, образец между солевыми пластинами останется в сжатом состоянии и может с легкостью исследоваться.

11.7.4 Прокатка отполированным подшипником. Подшипник из нержавеющей стали, установленный на соответствующей оси, может использоваться в качестве вальцового устройства для утончения образцов. Такое устройство может быть удобно присоединено к дальнему концу щупа или скальпеля, представляя собой инструмент двойного назначения. Равнодействующая сила, необходимая для раскатки органического материала в плоский образец очень мала, в то время как давление, оказываемое на образец, может быть очень высоким. Такие вальцовые устройства очень эффективны и используются как с органическими, так и неорганическими порошками. Они особенно удобны для уплотнения

моноволокна при проведении спектральной идентификации. Образцы могут быть раскатаны (откатаны) на металлической поверхности и исследованы в отражении или на прозрачных окнах, предназначенных для пропускания инфракрасного излучения. Волокна часто делают плоскими на стеклянном предметном стекле, затем их отдирают и устанавливают над небольшим отверстием в металлической пластине. Роликовый подшипник является одним из наиболее удобных устройств (приспособлений) для микрообразцов для того, чтобы сделать образец плоским.

11.7.5 Прессование (сжатие) верхней частью щупа или иглы.

11.7.5.1 Небольшой образец может быть помещен на поверхности и к нему применено давление от плоского конца ручки держателя иглы. Даже умеренное давление обычно будет давать значительное утончение образца. Иголовидный или копьевидный щуп также может использоваться для уменьшения толщины образца. Указанное утончение осуществляется из-за того, что силы на единицу площади на очень маленькой частице могут быть достаточно большими, даже при применении умеренной силы из-за небольшой области контакта. Если образец достаточно твердый, то его часто можно сделать тоньше путем нажатия на него боковой частью швейной иглы, которая держится в ручных прутковых тисках. Снова, небольшая область контакта боковой части швейной иглы значительно увеличивает силу на единицу площади. Указанную иглу можно катать поперек образца, вызывая откалывание тонких слоев.

11.7.5.2 Материалы с высокой концентрацией наполнителей, например, полимеры, могут исследоваться инфракрасной спектроскопией после утончения образца давлением или путем отрезания очень тонкого края образца лезвием. Часто, наполнитель не однородно рассредоточен и для исследования могут быть найдены чистые зоны.

11.8 Микропиролиз (см. 5.8) – это другой метод для исследования полимеров с большим наполнением. Очень малое количество полученного пиролизата наиболее удобно для исследования при использовании микроскопа ИК – передачи, особенно если он расположен в углублении солевого окна, при использовании микрокапиллярной щетки, как рассматривалось в 5.7.6.

11.9 Препараты для определения показателей преломления и их ограничения. Тонкая пленка из вазелинового масла и перфторуглеродородного масла на образце служит для удержания порошкообразных образцов, а также для соответствия их показателю преломления. Это способствует исследованию путем уменьшения проблем отражения. Как вазелиновое масло, так и перфторуглеродородное масло применяются в инфракрасной спектроскопии для приостановки (задержки) тонкодисперсных включений твердого образца, как и марля, т.к. они имеют несколько полос поглощения. При последовательном использовании может быть зарегистрирован полный спектр образца. Основной функцией среды в ИК – микроспектроскопии, является уменьшение или устранение поверхностных отражений с твердого образца, которые могут привести к искажению измерений поглощения. Эти среды также уменьшают потери на отражение и рассеивание и могут, таким образом, улучшить спектральное измерение. Трудность в использовании сред для определения показателей преломления заключается в корректировке на их присутствие. Может потребоваться интерактивное вычитание спектра среды. Пленка должна быть достаточно тонкой, так, чтобы ее спектр позволил легкое изъятие. Области спектров, в которых полосы поглощения спектра среды превышают 1 А, не должны считаться достоверными после спектрального вычитания.

11.10 Микротомные и пропиточные материалы.

11.10.1 Микротомирование, то есть, нарезание тонких частей, является общепризнанным микроскопическим методом, который широко применяется для инфракрасной спектроскопии. Микротомы имеются в продаже во многих видах: они

составляют средство для движения образца относительно ножа для того, чтобы отрезать от образца тонкий слой материала. Образец может быть переустановлен и процесс отрезания повторен. Для светлого микроскопа толщина частей обычно составляет от 0,5 мкм до 20 мкм и данный образец хорошо подходит для ИК – спектроскопии.

11.10.2 В то время как образцы могут быть прямо разделены, поддержание образца является общепринятым во время нарезания его на части. Твердый парафин является предпочтительной пропиточной средой для ИК-спектроскопии. Воск легко резать и он обычно легко удаляется теплым ксилолом. По химическим свойствам воск похож на медицинское масло (светлое нефтяное масло глубокой очистки) и, таким образом имеет минимальные помехи в ИК – спектроскопии. Аналогичным используемым материалом является бета-пиненовый воск. Другими пропиточными материалами, обычно используемыми для оптической микроскопии, являются акриловая и эпоксидная смолы. Их трудно удалить после разрезания на части, и они могут привести к спектральным помехам, следовательно, их не рекомендуют для применения в области ИК – спектра. Размером и пористостью образца часто определяют, может ли применяться пропитка из пластика. Необходимо соблюдать осторожность при выборе пропиточных материалов, т.к. эти материалы могут изменить образец, вступив с ним в реакцию, растворяя или загрязняя его. Альтернативным методом поддержания образца, является использование свободно стоящего (без поддержки) полимерного вещества, которое может быть, при желании, после микротомирования с легкостью удалено.

11.11 Инфракрасный микроскоп, оснащенный поляризатором, может использоваться для исследования дихроичных свойств материалов.

11.12 Отражательная инфракрасная спектроскопия.

11.12.1 Многие образцы, которые неудобно исследовать пропусканием, при использовании инфракрасного микроскопа, часто могут быть исследованы в режиме отражения, что является удобным способом регистрирования спектров образцов, у которых слишком большая толщина для спектров пропускания хорошего качества или же они содержат непропускающую основу. В общем, для этого метода не требуется подготовка образцов, и он не является деструктивным.

11.12.2 Используются различные виды отражательной спектроскопии для спектров в зависимости от типа исследуемой поверхности образца. Если образец представляет собой тонкую пленку на отражающей поверхности, то применяется спектроскопия инфракрасного отражения/поглощения (ИК - RAS) [24]. Другие типы образцов исследуются диффузным или зеркальным отражением.

11.12.3 Спектроскопия инфракрасного отражения/поглощения может использоваться для исследования пленок толщиной от 0,2 мкм до 20 мкм [3], которые покрывают отражательную поверхность. Инфракрасная энергия проходит через образец дважды, так как она передвигается по образцу, то она отражается на границе раздела и находится вдоль оптической траектории. Фактическое расстояние, которое проходит луч, зависит от используемого объектива микроскопа, но более чем в два раза превышает толщину образца, так как луч сфокусируется на отражательной поверхности. Эталонный фоновый спектр регистрируется при использовании чистой площади отражательной поверхности, или, при необходимости, стандартного зеркала эталонного луча. Типичные образцы включают покрытия на металлических банках от безалкогольных напитков, покрытия на материалах с высоким показателем преломления, как например, силикон и тонкие смазочные пленки на металлах.

11.12.4 Материалы, которые имеют достаточно плоскую или отполированную поверхность, могут отражать достаточное количество инфракрасной энергии для получения спектров в режиме отражения. К типичным образцам относятся полимеры

(пленки, пеллеты и формованные или прессованные (выдавливанием) части), загрязняющие вещества на электронных компонентах и твердые вещества, как например, зубья, минералы и краски. Можно получить спектры поверхностей, которые очевидно жесткие, диффузным отражением.

11.12.5 Фактический спектр, получаемый из образцов, будет возникать как от зеркального отражения на передней поверхности, так и диффузного отражения. Фактическое отношение этих двух эффектов является функцией шероховатости (неровности) поверхности; диффузное отношение чаще будет возникать в тех случаях, когда пространство по размеру аналогично длине инфракрасной волны, представляющей интерес. Вследствие чего, полученное путем наблюдения отношение зеркального отражения/диффузного отражения может варьироваться в пределах спектра.

11.12.6 Глубина проникновения отражения на передней поверхности очень мала и аналогична той, что достигается с использованием IRS. Спектры, зарегистрированные отражением на передней поверхности, будут показывать значительные различия от спектров, зарегистрированных микроспектроскопией пропускания или спектров от валовых образцов (проб). Расчетная глубина погружения является функцией длины волны и увеличивается с увеличением длины волны. В дополнение к этому физическому эффекту, другие химические эффекты, как например, поверхностное окисление, поверхностное загрязнение или миграция пластификатора, либо другой добавки к поверхности, может изменить спектр материала.

11.12.7 Спектры, наблюдаемые отражением на передней поверхности (особенно спектры от поверхностей с высоким отражением), обычно показывают искажение полосы, как например, смещение полосы, пространственные отражения (инверсии) или получение производных. Указанные эффекты возникают из-за поглощения диэлектрического материала, сопровождаемого изменением в показателе преломления материала на такой же частоте. Наблюдаемый спектр относится к n' , который является сложной функцией (33), включая компоненты показателя поглощения (k)/преломления (n):

$$n' = n + ik \quad (1)$$

В случае чистого зеркального отражения трансформация Крамерса – Кронига [25, 26] может быть использована для вычисления, как реальной, так и воображаемой части данной сложной функции и, таким образом, для получения значений, которые относятся как к спектру поглощения, так и к показателю преломления в виде функции частоты. Компьютерное программное обеспечение можно приобрести у некоторых производителей оборудования и фирм по разработке и сбыту программных средств.

11.12.8 Для демонстрации этой связи на Рисунке 1 показан спектр микроотражения от полиэфирных (метилакрилатных) образцов в единицах процентного отражения по отношению к золото – зеркальному эталону. Указанный спектр включает в себя увеличение, возникающее от отражения на тыльной (внутренней) поверхности образца, а также и внешнее отражение передней поверхности. Отражение тыльной поверхности приводит к увеличению двухпроходного пропускания энергии и таким образом спектр включает в себя некоторые особенности вследствие поглощения внутри образца. Вычисленный компонент n (который включает в себя показатель преломления) показан на Рисунке 2 и компонент k (который включает в себя спектр поглощения) показан на Рисунке 3. Вследствие отражения второй поверхности, этот эксперимент количественно не дает достоверные спектры n и k . Настоящие компоненты могут использоваться в количественных целях, но следует соблюдать осторожность при их числовой интерпретации. Значения n на Рисунке 2 приблизительно на 50 % превышают достоверный показатель преломления.

11.13 Пространственное составление карты спектральных особенностей. Некоторые инфракрасные микроспектроскопические системы могут включать в себя столик микроскопа для образца. Компьютерный контроль может использоваться для получения группы (массива) инфракрасных спектров, которые регистрируются в виде функции расположения образцов в пределах площади, определенной движением столика для образца. Указанный массив данных может быть составлен из спектров, выбранных вдоль прямой линии «карты линий» или же выбранных в виде сетки координат $x-y$.

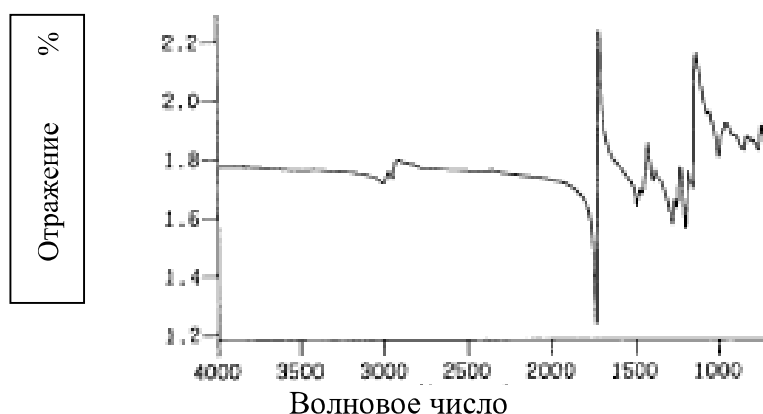


Рисунок 1 - Наблюдаемый спектр микроотражения поли (метил метакрилатного) измененного масштаба спектра эталонного золотого зеркала*

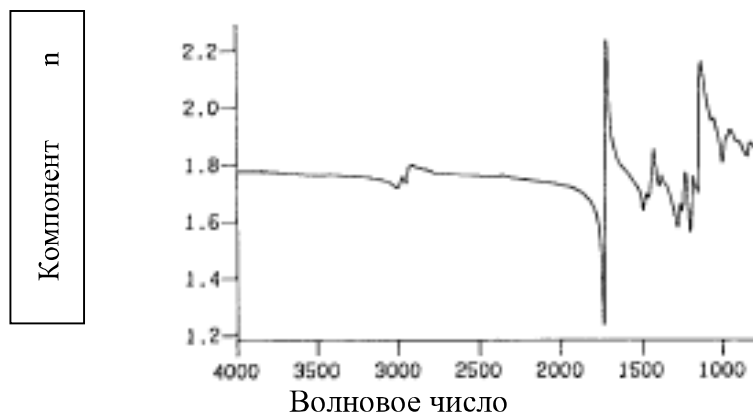


Рисунок 2 - Активная составляющая (часть n), возникающая из передачи Крамерс-Кронига поли (метил метакрилатного) спектра микроотражения**

* При использовании данного метода предполагаются низкие значения процентного отражения.

** Настоящий компонент относится к показателю преломления вещества в виде функции частоты.

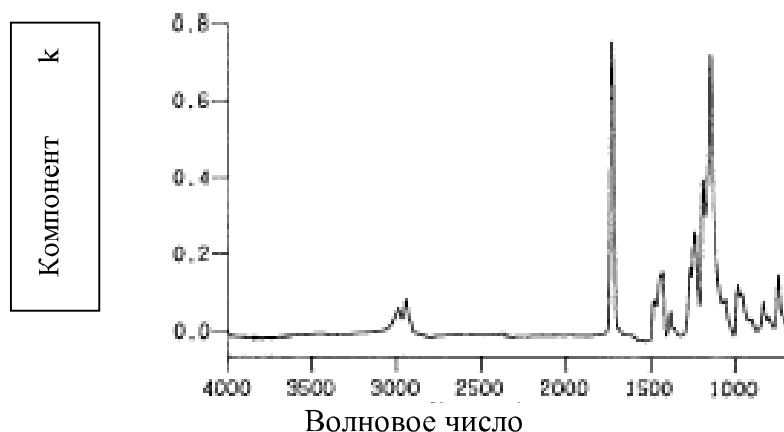


Рисунок 3 - Мнимая составляющая (часть k), возникающая из передачи Крамерс-Кронига поли (метил метакрилатного) спектра микроотражения*

Движение столика для образца контролируется компьютером, использующим установочный файл, созданный пользователем. Настоящий файл включает себя: (1) размер шага между точками отбора проб и (2) общие размеры линии или площади, предназначенной для «отображения на карте». Компьютерный анализ массива данных может использоваться для извлечения информации по распределению химических функциональных групп по площади, отображенной на карте, проводимый измерением поглощения выбранной частоты или частот в массиве спектров. Обработанная информация затем может использоваться для показа распределения отдельного пика или пиков в виде функции расположения отображенной на карте площади. Настоящие компьютерные демонстрации принимают форму контурной карты (карты вычерченной в горизонталях), псевдоцветной карты на основе контурной карты, карты напряженности или 3-D дисплея массива данных. Пространственное разрешение, полученное по результатам компьютерных изображений из: (1) размера шага, (2) действительного колебания образца по всей площади, отображенной на карте и (3) пространственного определения площади отбора проб, как определено микроскопической апертурой (-ами). Следует подчеркнуть, что полученное видимое пространственное разрешение, будет являться функцией волнового числа при использовании небольших апертурных установок (см. 11.1.2).

11.13.1 Расширение эксперимента по составлению спектральной карты осуществляется изображением луча анализируемого образца на массиве фокальной площади, состоящей из детекторных материалов, например, антимида индия или МСТ (соединения кадмий – ртуть - теллур). Образец детально исследуется одной длиной волны или серией длин волн на «изображение» при выполнении более того, что изложено в 11.13, но без физического движения образца и сбора данных об образце из серии отдельных точек. Относительно большая площадь образца (от 0,5 мм до 2,0 мм), изображается в одном детекторном воздействии с пространственным разрешением образца, определяемым размещением элементов детекторного массива и оптических характеристик измерительной аппаратуры.

* Настоящий компонент относится к спектру поглощения вещества, но он не откорректирован для зависимости длины волны от интенсивности вследствие изменения глубины проникновения

11.14 Микроспектроскопия внутреннего отражения. В некоторых инфракрасных микроскопах может использоваться оптический прибор (видеодатчик) по отбору проб внутреннего отражения. После получения соответствующего фонового спектра, оптическому прибору дают вступить в контакт с образцом, этим способствуя сбору спектра внутреннего отражения с небольшой площади поверхности. Площадь образца определяется размерами элемента внутреннего отражения, по существу, площадью образца, которая контактирует с элементом внутреннего отражения. Обычные материалы ИКЕ - это селенид цинка (ZnSe), алмаз, германий и кремний. Алмаз и ZnSe могут позволить ограниченное визуальное наблюдение площади отбора образцов посредством самого ИКЕ, тогда как объективы из кремния и германия не дают этот зрительный аспект и, таким образом, должны быть расположены с максимальной осторожностью для обеспечения того, что исследуется отобранная площадь образца. Может легко произойти повреждение ИКЕ, таким образом, ИКЕ должен периодически исследоваться при использовании визуального увеличения. Кроме того, небольшой размер ИКЕ может привести к высоким давлениям, оказываемым на площадь образца и возможные изменения химических или физических свойств образца, или их взятых вместе. Также может произойти миграция материала образца к ИКЕ. Для ИКЕ требуется частое исследование для предотвращения перекрестного загрязнения и повреждения объектива ИКЕ. Также может быть возможным изменение кратности однолучевого спектра объектива, в то время как не имеется контакта с образцом в сравнении с предыдущим фоновым спектром для обнаружения загрязнения ИКЕ. Во время процесса исследования можно предотвратить перенос одного образца к другому при использовании ИКЕ.

11.15 Микроспектроскопия с малым углом зеркального отражения.

11.15.1 Некоторые системы инфракрасных микроскопов могут быть оснащены объективом с малым углом ($\sim 70^\circ$) зеркального отражения.

ПРИМЕЧАНИЕ На настоящий объектив иногда ссылаются как на объектив с углом скольжения, хотя термин «угол скольжения» обычно относится к углу 85° и более.

11.15.2 Настоящий объектив может быть удобен для регистрации спектров небольших областей отражающих поверхностей и он может иметь преимущество над методом отражения, изложенным в 11.12.

Малый угол падения дает область отбора проб овальной формы. Определение действительной области для исследования может представлять трудность.

Библиография

- [1] Уиллис Дж. Х., Ван дер Маас Дж. Х. и Миллер Р.Г.Дж. «Лабораторные методы для вибрационной спектроскопии», 3 издание, Wiley and Sons, Chichester, UK, 1987.
- [2] Айлинг Г.М. «Спектроскопические методы определения микроколичеств органических веществ», Обзор применяемой спектроскопии, том 8, Часть 1, отредактирована Эдвардом Г. Бrame, Дж., Marcel Dekker, Inc., Нью – Йорк, 1994, стр. 63 – 83.
- [3] Гриффитс П.Р. и де Хазет Дж. А. «Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье», том 83 в «Химическом анализе: Серия монограмм по аналитической химии и ее применению», Элвинг П.Дж. и Уинифорднер Дж. Д., Eds., Wiley Interscience, 1986.
- [4] Компьютеризированный количественный инфракрасный анализ, ASTM STP 934, (Mc – Clure, G.L. Ed), ASTM Филадельфия, штат Пенсильвания, 1987.
- [5] Чейз Д.Б. «Нелинейный детекторный сигнал» в FT-ИК», «Прикладная спектроскопия», 1984, стр. 491 – 494.
- [6] МакКроун У.С. и Делли Дж. Г. «Атлас частиц», 2 изд, том I, Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor, MI, 1973.
- [7] Ссылка 1, стр.327 - 362.
- [8] Ссылка 3, стр. 564 – 610
- [9] Херрес У. «HRGC-FTIR: Капиллярно-газовая хроматография - Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье: Теория и применение», Nutting, Нью-Йорк, 1987.
- [10] Риди Г.Т., Эттингер Д. Г., Шнейдер Дж.Ф. и Боурне С. «Аналитическая химия», том 57, 1985, стр. 1602 – 1609.
- [11] Гагел Дж. Дж. и Биeman К. «Аналитическая химия», том 59, 1987, стр 1266 – 1272.
- [12] Хаэфнер А. М., Нортон К. Л., Гриффитс П. Р., Боурне С. и Курбело Р. «Межфазная газовая хроматография и инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье при 77 К.», Аналитическая химия, том 60, 1988, стр. 2441 – 2444.
- [13] Видрине Д.У. «Обнаружение жидкостной хроматографией с использованием FT-ИК», Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье, том 2, Ферраро Дж. Р. и Базиле Л. Дж., Eds., Academic Press, Нью-Йорк, 1979, стр. 129 – 164.
- [14] Уилк П.А., Джр «Метод отбора проб составляет работу исследования », Промышленно- исследовательская разработка, 24(9), 1983, стр. 132. можно приобрести у Spectra-Tech. Stamford, CT.
- [15] Конрой К.М., Гриффитс П.Р., Дафф П.Дж. и Азаррага Л.В. «Граница раздела сред высокоэффективного жидкостного хроматографа с противоположной фазой и инфракрасного спектрометра с преобразованием Фурье с диффузным отражением», Аналитическая химия, том 56, 1984, стр. 2636 – 2642.
- [16] Джинно К., Фуджимото С. и Хирата Й. «Граница раздела сред для сочетания микро высокоэффективной жидкостной хроматографии и инфракрасной спектрометрии», Прикладная спектроскопия, том 36, 1982, стр. 67 – 69.
- [17] Шафер К.Х., Пентони Дж. и Гриффитс П.Р. «Сверхкритическая хроматография/ Инфракрасная спектрометрия с преобразованием Фурье и поверхность раздела сред автоматического диффузного отражения», Аналитическая химия, том 58, 1986, стр. 58 – 64.
- [18] Шафер К.Х., Гриффитс П.Р. и Шу-Квин «Вспомогательные устройства для переноса образца в тонкослойной хроматографии/ Инфракрасной спектрометрии с преобразованием Фурье», Аналитическая химия, том 58, 1986, стр. 2708 – 2712.

[19] Нехейм А.Г. «Применение спектральных методов в термических исследованиях», Глава 4 в Инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье, том 4, Применение к химическим системам, Ферраро Дж. Р. и Базиле Л. Дж., Eds., Academic Press, Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1985, стр. 147 – 167.

[20] Комптон Д. А. С., Джонсон Д. Дж. и Миттлеман М. Л. «Применение интегральной системы TGA/FT-ИК к изучению полимерных материалов», Часть I, Исследование и разработка, февраль 1989, стр. 142 – 147 и Часть II, апрель 1989, стр. 68 – 73, доступно в виде Примечания TGA/FT-ИК № 70 у Bio-Rad, Digilab Division, Кембридж, МА.

[21] Формирование, обработка образцов и применение инфракрасных микроскопов, Роуш П.Б.Ед, ASTM STP 949, ASTM, 1987.

[22] Мессершмидт Р.Г. и Харткок М.А. «Инфракрасная микроспектроскопия. Теория и применение», том 6 в Практической спектроскопии, Брейм Е.Г., Марсел Деккер, Inc., Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1988.

[23] Кришнан К и Хилл С «FT-ИК методы отбора микропроб», Глава X в Инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье, том 5, Ферраро Дж. Р. и Кришнан К, Eds., Academic Press, Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1989.

[24] Голден У. Г. «Инфракрасная спектроскопия отражения - поглощения с преобразованием Фурье», Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье, том 4, Ферраро Дж. Р. и Базиле Л. Дж., Eds., Academic Press, Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1985, стр. 315 – 344.

[25] Чантри Г. У. «Длинноволновые оптические приборы», том 1: Принципы, Academic Press, Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1984, стр. 214 – 221, 399 - 401.

[26] Ота К. и Ишида Х. «Сравнение нескольких методов численного интегрирования в трансформации Крамерса-Кронига», прикладная спектроскопия, том 42, 1988, стр. 952 – 957.

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 1252-98(2007)* Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis (Практика для общих методов получения инфракрасных спектров количественного анализа)	IDT	СТ РК АСТМ Е 1252* Спектрометрия инфракрасная. Метод получения инфракрасных спектров для качественного анализа
* Подлежит публикации		

УДК 664.1.543.573:006.354

МКС 71.040.50

Ключевые слова: инфракрасный; микроанализ, молекулярная спектроскопия.
