

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЭПОКСИДНЫХ ГРУПП В ЭПОКСИДНОЙ СМОЛЕ ДЭГ-1 МЕТОДОМ СПЕКТРОМЕТРИИ В БЛИЖНЕЙ ИК-ОБЛАСТИ

Е.В. Вострокнутова, М.А. Ябуров, В.М. Голик, А.В. Сапрыгин

ОАО «Уральский электрохимический комбинат», ЦЗЛ
624130, Свердловская обл., г. Новоуральск, ул. Дзержинского, 2
czl@ueip.ru

Поступила в редакцию 4 марта 2011 г.

Изучена возможность использования метода ИК-спектроскопии ближнего диапазона в сочетании с хемометрическими подходами для определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле марки ДЭГ-1. В результате проведенных исследований были построены хемометрические модели на основе методов регрессии на главные компоненты (РГК) и проекции на латентные структуры (ПЛС), проведена оценка их применимости на практике с помощью таких критериев как среднеквадратические остатки калибровки (RMSEC), проверки (RMSEP), коэффициент корреляции (R^2) и число главных компонент и ПЛС-факторов. Погрешность методики определения массовой доли эпоксидных групп методом ИК-спектроскопии ближнего диапазона не превышает 4 % отн. во всем диапазоне измеряемых массовых долей от 22,0 % до 27,5 %. Разработанная методика позволяет значительно снизить трудозатраты при входном контроле качества эпоксидной смолы ДЭГ-1.

Ключевые слова: эпоксидная смола, ИК-спектроскопия ближнего диапазона, хемометрика, массовая доля эпоксидных групп.

Вострокнутова Елена Владимировна – инженер-химик 2 категории лаборатории химико-спектральных методов контроля технологического процесса производства обогащенного урана ОАО «УЭХК», аспирант.

Область научных интересов: аналитическая химия, спектральные и хроматографические методы анализа.

Ябуров Михаил Александрович – руководитель группы лаборатории химико-спектральных методов контроля технологического процесса производства обогащенного урана ОАО «УЭХК», кандидат химических наук.

Область научных интересов: электрохимия, аналитическая химия, спектральные методы анализа.

Автор 8 публикаций.

Голик Василий Михайлович – заместитель начальника ЦЗЛ ОАО «УЭХК» по контролю-аналитическим работам, кандидат технических наук.

Область научных интересов: аналитическая химия высокочистых веществ, атомная и атомно-абсорбционная спектроскопия и масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой урановых материалов.

Автор более 80 публикаций.

Сапрыгин Александр Викторович – начальник ЦЗЛ ОАО «УЭХК», доктор технических наук.

Область научных интересов: радиометрический и масс-спектрометрический с индуктивно-связанной плазмой анализ урановых материалов.

Автор более 140 публикаций.

Введение

Качество центрифужного оборудования для разделения изотопов урана существенно зависит от соответствия качества используемых при его изготовлении материалов требо-

ваниям, изложенным в технических условиях. Система входного контроля материалов предполагает проведение проверки соответствия наиболее критических характеристик установленным требованиям. Для эпоксидной смолы такой характеристикой является массовая доля

эпоксидных групп, так как их количество определяет химические и физические свойства смол [1–4]. В соответствии с требованием ТУ 2225-390-04872688-98 массовая доля эпоксидных групп в смоле ДЭГ-1 должна составлять не менее 25,0 % [5].

Для проведения входного контроля аналитические лаборатории, как правило, используют стандартные методики количественного химического анализа, требующие больших затрат труда, времени, реактивов и использования специального оборудования. Например, для определения массовой доли эпоксидных групп в смоле ДЭГ-1 используется титриметрическая методика, описанная в ГОСТ 12497 и основанная на реакции эпоксидных групп с хлористым водородом [6]. Данная методика является относительно простой в реализации и не требует дорогостоящего оборудования, однако сопровождается длительной подготовкой проб, что увеличивает трудозатраты и время проведения анализа.

Внедрение инновационных методов позволяет повысить экспрессность входного контроля и сократить затраты на выполнение анализа. К таким методам относится метод спектроскопии в ближнем ИК-диапазоне (**БИК-спектроскопия**), широко используемый для анализа органических веществ во многих областях промышленности: пищевой, фармацевтической, полимерной и др. [7–15]. Это обусловлено простотой выполнения анализа, поскольку в качестве материала для кювет и прочих оптических узлов могут применяться стекло или кварц. Спектрометры ближней ИК-области отличаются полным отсутствием чувствительности к влаге, так как в их конструкции не используются элементы, изготовленные из монокристаллов солей щелочных металлов (KBr, NaCl, CsI и др.). Для обработки данных, полученных методом БИК-спектроскопии, часто используются современные методы хемометрики, которые являются незаменимыми, когда требуется выделить полезный сигнал на фоне шумов, оптимизировать методику анализа или обработать информацию, представленную в виде многомерного массива данных [16, 17]. Метод БИК-спектроскопии в основном предназначен для количественного анализа, но применяется и в качественном анализе, например, для установления принадлежности неизвестного образца к определенному классу [18, 19]. Также метод используется для изучения физико-химических процессов, например, при изучении кинетики отверждения эпоксидных смол [16, 17, 20, 21]. Работ, посвященных контролю качества эпоксидных смол методом БИК-спектроскопии, в доступных нам литературных источниках не найдено.

Целью настоящей работы являлось изучение возможности использования метода БИК-спектроскопии при входном контроле качества эпоксидной смолы ДЭГ-1 и разработка методики определения массовой доли эпоксидных групп. При разработке была поставлена задача сократить трудозатраты и время на проведение анализа за счет замены стандартной титриметрической методики на экспресс-методику с использованием метода БИК-спектроскопии.

Подготовка образцов для градуировки

Известно, что особенностью метода БИК-спектроскопии является необходимость тщательной градуировки с использованием стандартных методов и образцов. При этом состав и свойства этих образцов должны максимально соответствовать объекту анализа, так как от этого зависит надежность и точность построенной калибровочной модели [18]. В связи с этим для исследования были взяты образцы эпоксидной смолы ДЭГ-1 по ТУ 2225-390-04872688-98. Массовая доля эпоксидных групп в образцах, используемых для получения калибровочной модели, была установлена методом кислотно-основного титрования.

Анализ был выполнен с использованием автоматического титратора «Titroline alfa plus» фирмы Schott Instrument, управляемого программным обеспечением Titrisoft 2.6. Навеску эпоксидной смолы ДЭГ-1 массой от 0,1 до 0,5 г, взвешенную на аналитических весах с погрешностью $\pm 0,0002$ г, помещали в стакан для титрования и растворяли в 5 мл ацетона. После этого пипеткой добавляли 10 мл ацетонового раствора соляной кислоты (готовили смешением 2 мл концентрированной соляной кислоты и 80 мл ацетона) и перемешивали раствор. Затем добавляли 50 мл ацетона, стакан накрывали часовым стеклом и выдерживали пробу в течение 30 минут. По истечении этого времени стакан с пробой устанавливали в автосамплер титратора и проводили титрование 0,1 моль/л раствором NaOH. Точку эквивалентности определяли по скачку потенциала стеклянного электрода. Параллельно проводили анализ холостой пробы. Абсолютная суммарная погрешность определения массовой доли эпоксидных групп при доверительной вероятности $P = 0,95$ и двух параллельных определениях составляет $\pm 0,14$ %.

Таким образом, методом кислотно-основного титрования было проанализировано 26 образцов смолы ДЭГ-1 с различной массовой долей эпоксидных групп от 22,0 % до 27,5 %, затем эти образцы были использованы при получения градуировочной функции.

Выбор оптимальных условий для построения калибровочной модели

Инфракрасные спектры образцов эпоксидной смолы были получены на ИК-спектрометре ближнего диапазона «Antaris II» фирмы Thermo с использованием модуля на пропускание. Для этого образцы смолы помещали в стеклянную пробирку высотой 40 мм и диаметром 8 мм, закрывали полиэтиленовой пробкой и устанавливали в держатель модуля. Управление спектрометром осуществляли с помощью программного обеспечения Omnic, TQ Analyst, Result Operation, Result Integration.

Экспериментальным путем были выбраны оптимальные условия регистрации ИК-спектров: разрешение – 4 см⁻¹, число сканирований – 48, усиление - 1, аттенюатор - В Screen. Оптимальные условия были установлены при определении отношения «сигнал/шум» и соответствуют его максимальному значению. Значение отношения «сигнал/шум» было рассчитано с помощью программного обеспечения Omnic. Регистрацию ИК-спектров проводили на всем диапазоне волновых чисел от 4000 до 10000 см⁻¹. В качестве спектра сравнения был использован спектр пустой ячейки модуля на пропускание. ИК-спектры образцов для калибровки представлены на рис. 1.

Анализ литературных данных показал, что колебания эпоксидного кольца наблюдаются в спектре ближней ИК-области при 4523 и 4510 см⁻¹ [20, 21], а также при 6060 см⁻¹ [16]. Кроме этого, на спектрах видны изменяющиеся полосы в

области 5000–6000 см⁻¹, которые могут оказаться пригодными для калибровочной модели. В связи с этим было условно выделено несколько спектральных диапазонов, потенциально применимых для решения поставленной задачи, а именно 4500–4600, 5049–5326, 5350–6017 и 6013–6098 см⁻¹. В каждом спектральном диапазоне с помощью программного обеспечения TQ Analyst были построены калибровочные модели методом регрессии на главные компоненты (РГК), а также оценено их качество. Критериями качества калибровки были выбраны среднеквадратические остатки калибровки (RMSEC), проверки (RMSEP), коэффициент корреляции (R^2) и количество главных компонент. При этом, чем меньше значения RMSEC и RMSEP, тем точнее построена калибровочная модель. Также точность калибровки (RMSEC) и точность проверки (RMSEP) связаны между собой: улучшение RMSEC неминуемо влечет ухудшение RMSEP, поэтому их необходимо рассматривать совместно. Кроме этого, чем ближе значение коэффициента корреляции R^2 к единице, тем более точной является модель. Важным фактом является то, что при построении устойчивой калибровочной модели должно использоваться наименьшее количество главных компонент [18, 19]. В табл. 1 представлены показатели качества построенных калибровочных моделей в различных спектральных диапазонах. Число главных компонент не является определяющим показателем для выбора того или иного диапазона волновых чисел, так как для всех моделей

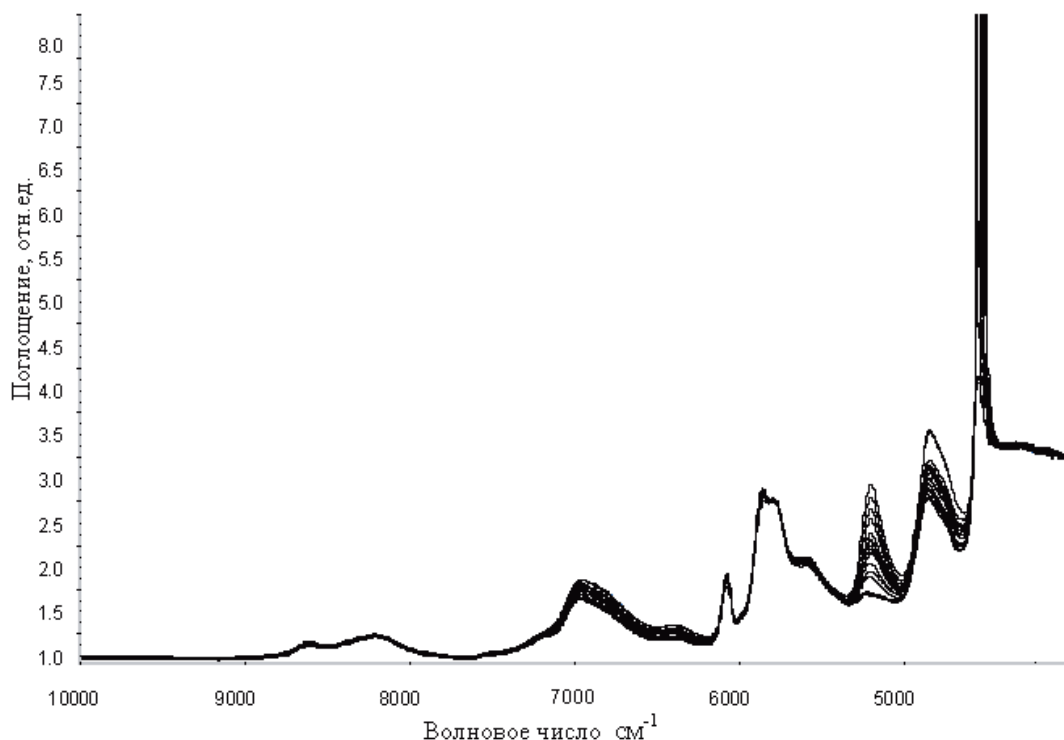


Рис. 1. ИК-спектры образцов эпоксидной смолы ДЭГ-1, используемых для калибровки

Таблица 1

Показатели качества калибровочных моделей в различных спектральных диапазонах

Номер диапазона	Диапазон волновых чисел, см ⁻¹	Коэффициент корреляции R^2	RMSEC	RMSEP	Число главных компонент
1	4500-4600	0,930	0,460	0,520	3
2	5049-5326	0,911	0,966	12,0	3
3	5350-6017	0,964	0,629	0,639	3
4	6013-6098	0,983	0,438	0,373	3

оно одинаково. Для моделей 1, 2 и 3 получен относительно низкий коэффициент корреляции, поэтому диапазоны 4500–4600, 5049–5326 и 5350–6017 см⁻¹ не являются пригодными для построения калибровочной модели. Наибольшее значение коэффициента корреляции наблюдается для модели 4, следовательно, она наилучшим образом описывает связь между спектральными характеристиками и концентрацией эпоксидных групп в образцах для калибровки. Для модели 4 характерно наименьшее значение среднеквадратичных остатков RMSEC и RMSEP, а также их наилучшая согласованность. Таким образом, при совокупном рассмотрении показателей качества для количественного определения наилучшим образом подходит модель 4, где используется диапазон волновых чисел 6013–6098 см⁻¹ (табл. 1).

Построение калибровочных моделей

Калибровочные модели были построены с использованием многомерных методов, таких как регрессия на главные компоненты (РГК) и проекции на латентные структуры (ПЛС). Этот выбор основан на анализе литературных данных [7–15], где описано использование методов РГК и ПЛС для решения широкого круга задач в различных областях промышленности. Для

построения калибровочных моделей было использовано два набора стандартов. Первый набор (обучающий) состоял из 17 образцов, второй (проверочный, валидационный) – из 9 образцов. Диапазон измеряемых массовых долей эпоксидных групп от 22,0 % до 27,5 % был выбран исходя из имеющихся в наличии образцов смолы ДЭГ-1 и требований технических условий [5]. Норматив массовой доли эпоксидных групп (не менее 25,0 %) соответствует середине диапазона измерений разрабатываемой методики. Затем была оценена точность и возможность применения на практике построенных калибровочных моделей. В качестве критериев применимости калибровочных моделей были использованы RMSEC, RMSEP, R^2 , количество главных компонент и ПЛС-факторов. На рис. 2 и 3 представлены корреляционные зависимости результатов определения массовой доли эпоксидных групп, полученных двумя методами: кислотно-основным титрованием ($\omega_{\text{хим}}$) и БИК-спектрометрией ($\omega_{\text{БИК}}$). В идеальном случае корреляционные зависимости должны представлять собой прямые, расположенные под углом 45° к осям координат, однако, на практике добиться такого результата не всегда удается. В табл. 2 представлены параметры интересующих нас калибровочных моделей.

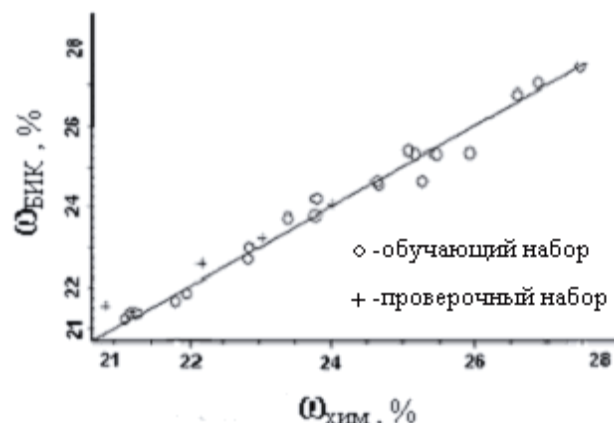


Рис. 2. Корреляционная зависимость результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом титрования и методом БИК-спектрометрии. Калибровочная модель построена методом ПЛС

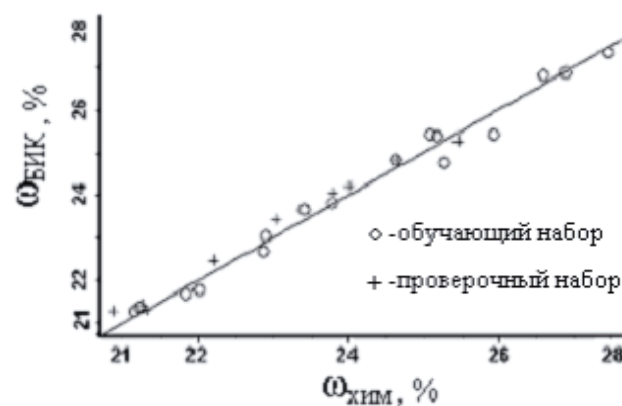


Рис. 3. Корреляционная зависимость результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом титрования и методом БИК-спектрометрии. Калибровочная модель построена методом РГК

Таблица 2

Параметры калибровочных моделей для БИК-спектрометрического определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ДЭГ-1

Метод	Диапазон волновых чисел, см ⁻¹	Коэффициент корреляции R^2	RMSEC	RMSEP	Число главных компонент/ПЛС-факторов
РГК	6013-6098	0,991	0,266	0,287	7
ПЛС	6013-6098	0,992	0,264	0,275	6

Таблица 3

Погрешность калибровочных моделей в трех точках диапазона измеряемых массовых долей эпоксидных групп

Образец	Значение массовой доли эпоксидных групп в образцах для калибровки, %	Относительная погрешность калибровочной модели, %	
		модель, построенная методом РГК	модель, построенная методом ПЛС
1	22,17 ± 0,14	3,2	2,6
2	25,08 ± 0,14	2,7	1,9
3	27,46 ± 0,14	3,3	3,2

Значения R^2 для метода 1 и 2 практически совпадают, RMSEC и RMSEP также приблизительно одинаковы, число главных компонент и ПЛС-факторов отличаются на единицу (табл. 2). Таким образом, построенные калибровочные модели характеризуются схожими параметрами качества. В качестве дополнительного критерия для выбора оптимальной калибровочной модели была использована величина погрешности измерений, полученных при использовании различных калибровочных моделей. Для оценки погрешностей каждой модели была проведена серия из 20 измерений в трех точках диапазона методики. При каждом измерении программным обеспечением Result Operation было определено отклонение результата от калибровочной модели. Максимальное его значение было принято за погрешность калибровочной модели. В результате было установлено, что для калибровочной модели, построенной методом ПЛС, значение относительной погрешности в трех точках диапазона измерений ниже, чем для модели, построенной методом РГК (табл. 3). Следовательно, наилучшая корреляция между спектральными данными и массовой долей эпоксидных групп наблюдается при использовании метода ПЛС.

Оценка метрологических характеристик методики

Оценка метрологических характеристик методики была проведена в соответствии с действующим в отрасли стандартом [22]. Для этого были использованы экспериментальные данные, полученные при измерении массовой доли эпоксидных групп в трех образцах смолы ДЭГ-1. Содержание эпоксидных групп в образцах соответствовало диапазону измерений разрабатываемой методики (от 22,0 до 27,5 % мас.). В каждой выбранной точке диапазона был проведен набор статистических данных, состоящий из 20 измерений. В соответствии с [23] было установлено, что полученные результаты распределены по нормальному закону. Далее при оценке выборочных дисперсий по критерию Кохрена было установлено, что измерения массовой доли эпоксидных групп на всем диапазоне являются однородными. Характеристика случайной составляющей погрешности (ϵ_{cx}) была определена как близость результатов, полученных в условиях сходимости, а именно на одном оборудовании, одним оператором (табл. 4). Также экспериментальным путем была проведена оценка погрешности, обусловленной факторами чистой воспроизводимости ($\theta_{чист.в}$), то есть приводящей к разбросу результатов измерений

Таблица 4

Характеристики относительной погрешности измерений массовой доли эпоксидных групп в смоле ДЭГ-1 методом БИК-спектрометрии

Диапазон измеряемых массовых долей эпоксидных групп, %	ϵ_{cx} , %	$\theta_{чист.в}$, %	θ_c , %	δ , %
От 22,0 до 27,5 включительно	1,7	3,2	1,6	4,0

Таблица 5

Результаты определения массовой доли эпоксидных групп в пробах смолы ДЭГ-1 двумя методами БИК-спектрометрии и кислотно-основного титрования

Образец	Массовая доля эпоксидных групп, %	
	БИК-спектрометрия	Кислотно-основное титрование
1	22,20	22,86
2	22,01	21,72
3	22,21	22,38
4	23,05	23,07
5	24,01	23,91
6	24,65	24,60
7	25,46	25,33
8	26,59	26,93
9	27,46	27,70

в условиях воспроизводимости за исключением факторов сходимости. При определении $\theta_{\text{уст.с}}$ была учтена инструментальная погрешность и погрешность калибровочной модели (табл. 4). При оценке значимости систематической погрешности был рассчитан неисключенный остаток систематической погрешности θ_c (табл. 4). Правильность определения массовой доли эпоксидных групп была оценена сравнением результатов измерения массовой доли эпоксидных групп в пробах смолы ДЭГ-1 методами БИК-спектрометрии и кислотно-основного титрования (табл. 5). Полученные результаты показали отсутствие значимой систематической погрешности на всем диапазоне измерений разрабатываемой методики.

В соответствии с действующим в отрасли стандартом [22] была проведена метрологическая аттестация и внедрение разработанной методики в ЦЗЛ ОАО «УЭХК». Аттестация была осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

Итоги сравнения метрологических характеристик стандартной методики [6] и методики БИК-спектрометрического определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ДЭГ-1 приведены в табл. 6. Характеристики погрешности стандартной методики кислотно-основного титрования рассчитаны на основе данных, приведенных в [6], в соответствии с [24]. Метрологические параметры методики БИК-спектрометрического определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ДЭГ-1 хуже, чем для титриметрической методики. Однако использование точной стандартной методики [6] не отвечает современным требованиям по оперативности: время получения информации о качестве пробы достигает 1,5 часов. В таких случаях для сокращения времени и трудозатрат предпочтительнее проводить анализ с использованием менее точных, косвенных, но экспрессных методов, таких как БИК-

Таблица 6

Метрологические характеристики двух методик определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ДЭГ-1

Абсолютное значение составляющей погрешности, %	Методика	
	БИК-спектрометрия	Кислотно-основное титрование
Характеристика случайной погрешности (СКО, характеризующее сходимость результатов определений)	0,012	0,023
Характеристика случайной погрешности измерения (СКО, характеризующее воспроизводимость результатов определений)	0,42	0,03
Характеристика систематической составляющей погрешности измерения (полуширина интервала, в котором систематическая составляющая погрешности измерений находится с принятой вероятностью $P = 0,95$)	0,43	0,15
Характеристика погрешности измерения (полуширина интервала, в котором погрешность находится с принятой вероятностью $P = 0,95$)	1,09	0,14

спектрометрия. При этом анализ одной пробы эпоксидной смолы занимает не более 15 минут.

По мнению авторов метод БИК-спектрометрии может применяться для анализа эпоксидных смол других марок, в том числе с применением БИК-спектрометров других типов.

Выводы

В результате проведенного исследования показана возможность использования метода БИК-спектрометрии для входного контроля качества эпоксидной смолы ДЭГ-1 в соответствии с ТУ 2225-390-04872688-98. Разработана экспрессная методика определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ДЭГ-1, диапазон измеряемых значений от 22,0 до 27,5 %, относительная погрешность не превышает 4 %. Использование разработанной экспрессной методики вместо существующей стандартной методики значительно сокращает трудозатраты и время проведения анализа.

ЛИТЕРАТУРА

- Чернин И.З., Смехов Ф.М., Жердев Ю.В.. Эпоксидные полимеры и композиции. М.: Химия, 1982. 230 с.
- Диановые эпоксидные смолы марок ЭД-20, ЭД-16, ЭД-10, ЭД-8 / Гвирц Э.М. и [др.]. Л.: Ленинград. 1965. 50 с.
- Справочник по композиционным материалам / [Под. ред. Дж. Любина]: Пер. с англ. В 2 т. М.: Машиностроение, 1988. Т. 1. 448 с.
- Технология пластических масс / [Под ред. В.В.Коршака]. М.: Химия, 1985. 560 с.
- ТУ 2225-390-04872688-98. Эпоксидная смола ДЭГ-1. Технические условия. Тамбов. 1998. 8 с.
- ГОСТ 12497-78. Пластмассы. Методы определения содержания эпоксидных групп. М., 1978. 6 с.
- Mantanus J., Ziemons E., Lebrun P., Rozet E. Moisture content determination of pharmaceutical pellets by near infrared spectroscopy: Methods development and validation // *Anal. chim. acta*. 2009. V.642, № 1-2. P. 186-192.
- Cleve E., Bach E., Schollmeyer E. Using chemometric methods and NIR spectrophotometry in the textile industry // *Anal. chim. acta*. 2000. V. 420, № 2. P. 163-167.
- Otsuka M. Chemoinformetrical evaluation of granule and tablet properties of pharmaceutical preparations by near-infrared spectroscopy // *Chemometrics and Intell. Lab. Syst.* 2006. V. 82, № 1-2. P. 109-114.
- Vardin H., Tay A., Ozen B., Mauer L. Authentication of pomegranate juice concentrate using FTIR spectroscopy and chemometrics // *Food Chem.* 2008. V. 108, № 2. P. 742-748.
- Khodabux K., L'Omelette M.S.S., Jhaumeer-Laulloo S., Ramasami P. Chemical and near-infrared determination of moisture, fat and protein in tuna fishes // *Food Chem.* 2007. V. 102, № 3. P. 669-675.
- Zhou X., Hines P., Borer M.W. Moisture determination in hygroscopic drug substances by near infrared spectroscopy // *J. Pharm. and Biomed. Anal.* 1998. V. 17, № 2. P. 219-225.
- Al-Alawi A., van de Voort F.R., Sedman J. A new Fourier transform infrared method for the determination of moisture in edible oils // *Appl. Spectrosc.* 2005. V. 59, № 10. P. 1295-1299.
- Балабин Р.М. Создание экспресс-метода анализа показателей качества индустриального масла на основе многомерного анализа спектральных данных // *Достижения ученых XXI века: Тез. докл. междунар. конф. Тамбов, 2005. С. 192-194.*
- Сафиева Д.О., Филатов В.М., Сюняев Р.З. Разработка экспресс-метода определения показателей качества нефтей на основе регрессионного линейного анализа спектров в ближнем инфракрасном диапазоне // *Тез. докл. IV Всерос. конф. Томск, 2007. С. 81-85.*
- Seisler W., Ozaki Y., Kawata S., Heise H.M. Near infrared spectroscopy. Principles. Instruments. Applications. Weinheim (Germany): WILEY-VCH Verlag GmbH, 2002. 348 p.
- Отто М. Современные методы аналитической химии. М.: Техносфера, 2008. 543 с.
- Радионова О.Е., Померанцев А.Л.. Хемометрика: достижения и перспективы. // *Успехи химии*. 2006. Т. 75, № 4. С. 304-321.
- Радионова О.Е. Интервальный метод обработки результатов многоканальных экспериментов. Дис. ... д-ра физ.-мат. наук. М., 2008. 273 с.
- Rigail-Cedenõ Andre's, Paik Sung C.S. Fluorescence and IR characterization of epoxy cured with aliphatic amines // *Polymer*. 2005. V. 46. P. 9378-9384.
- Musto P., Ragosta G., Scarinzi G., Mascia L. Probing the molecular interactions in the diffusion of water through epoxy and epoxy-bismaleimide networks // *J. of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*. 2002. V. 40, № 1. P. 922 - 938.
- ОСТ 95 10353-2008 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений. М.: ВНИИИМ им.А.А.Бочвара, 2008. 116 с.
- ГОСТ 8.207-76. Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения. М., 2005. 7 с.
- ГОСТ Р 51232-98. Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества. М., 2005. 16 с.

EPOXY GROUPS MASS-FRACTION DETERMINATION IN EPOXY RESIN DEG-1 BY NEAR INFRARED SPECTROSCOPY

E.V. Vostroknutova, M.A. Yaburov, V.M. Golik, A.V. Saprygin

*JSC "Ural electrochemical integrated plant", The Analytical Centre
2, Ul. Dzerzhinskogo, Novouralsk, Sverdlovskaya oblast, 624130, Russia
czl@ueip.ru*

Possibilities of application of Test Method for epoxy groups mass-fraction determination in epoxy resin DEG-1 by near infrared (**NIR**) spectroscopy together with chemometric approaches have been studied. As a result of studies chemometric models based on the method of principal component regression (**PCR**) and the method of projection on latent structure (**PLS**) have been developed, practice feasibility assessment due to such criteria as root-mean square error of calibration (**RMSEC**), root-mean square error of prediction (**RMSEP**), correlation coefficient (R^2) and number of principal components and PLS-factors has been conducted. Precision of Test Method for epoxy groups mass-fraction determination by NIR spectroscopy does not exceed 4 % within 22,0-27,5 % range of measured mass fractions. The developed technique makes it possible to decrease considerably man-hours during incoming control of epoxy resin DEG-1.

Key words: epoxy resin, near infrared (NIR) spectroscopy, chemometric, epoxy groups mass-fraction.