

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЭПОКСИДНЫХ ГРУПП В ЭПОКСИДНЫХ СМОЛАХ МАРОК ЭД-20 И ЭД-16 МЕТОДОМ СПЕКТРОМЕТРИИ В БЛИЖНЕМ ИК-ДИАПАЗОНЕ

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

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

Поступила в редакцию 1 июня 2011 г.

Изучена возможность использования метода ИК-спектроскопии ближнего диапазона (**БИК-спектроскопии**) в сочетании с хемометрическими подходами для определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидных смолах ЭД-16 и ЭД-20. В результате проведенных исследований была построена хемометрическая модель на основе метода проекции на латентные структуры (**ПЛС**), проведена оценка ее применимости на практике с помощью таких критериев как среднеквадратические остатки калибровки (**RMSEC**), проверки (**RMSEP**), коэффициент корреляции (R^2) и количество главных компонент. Погрешность результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом БИК-спектроскопии составила 6 % во всем диапазоне измеряемых массовых долей. Разработанная методика позволяет значительно снизить трудозатраты при входном контроле качества эпоксидных смол.

Ключевые слова: эпоксидная смола, БИК-спектроскопия, 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, ИК-спектроскопия, хемометрика.

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

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

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.

Введение

Широкое применение эпоксидных смол в различных областях промышленности обусловлено физико-химическими свойствами этих материалов. Одним из основных параметров, квалифицирующих способность эпоксидных смол вступать в реакцию полимеризации, является массовая доля эпоксидных групп. Она характе-

ризует среднюю молекулярную массу и является основным показателем качества при входном контроле [1–4]. В настоящее время для определения массовой доли эпоксидных групп используется стандартная методика кислотно-основного титрования, описанная в ГОСТ 12497 [5]. Методика является достаточно простой в реализации, однако при этом возникает ряд трудностей. Во-первых,

методика сопровождается высокими трудозатратами, кроме того, время выполнения анализа одной пробы составляет 1.5 часа. Во-вторых, подготовка проб осуществляется с применением большого количества органических растворителей. В-третьих, после анализа образуются отходы, подлежащие утилизации. При решении подобных проблем зачастую используют инструментальные физико-химические методы анализа.

Известны методики определения эпоксидных групп методом ИК-спектроскопии. В качестве аналитической полосы при этом используется полоса поглощения в области от 920 до 910 см^{-1} , характеризующая валентные колебания эпоксидного кольца. Интенсивность поглощения в выбранном диапазоне волновых чисел прямо пропорциональна количеству определяемых групп. Однако эта методика также требует тщательной подготовки образцов и градуировочных смесей, использования растворителей [6]. Альтернативой вышеперечисленным методам является ИК-спектроскопия ближнего диапазона (**БИК-спектроскопия**), которая на сегодняшний день является быстроразвивающимся методом анализа, использующимся в различных областях промышленности не только для контроля качества, но и для контроля производственного процесса в целом. Метод БИК-спектроскопии обладает рядом преимуществ. Во-первых, интенсивность полос поглощения в ближней ИК-области на один-два порядка ниже, чем в средней ИК-области. Это позволяет проводить регистрацию спектров без разбавления, используя при этом кюветы с большой длиной оптического пути, что очень удобно при анализе вязких жидкостей. При этом реализуется неразрушающий метод контроля, не требующий подготовки проб. Во-вторых, метод БИК-спектроскопии характеризуется простотой выполнения эксперимента, так как в качестве материалов для кювет может быть использовано стекло или кварц. В-третьих, для обработки спектральных данных используются методы хемометрики, которые позволяют выделить полезный сигнал на фоне шумов, тем самым облегчить процедуру построения калибровочных зависимостей, оптимизировать методику анализа и обработать информацию, представленную в виде многомерного массива данных [7, 8]. Вышеперечисленные достоинства демонстрируют перспективность использования метода БИК-спектроскопии. Настоящая работа была посвящена изучению возможности использования метода БИК-спектроскопии для качественного и количественного анализа эпоксидных смол. Исследователями была поставлена задача разработать методику определения марки эпоксидной смолы при анализе неизвестных образцов, а также методику количественного определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидных смолах ЭД-16 и ЭД-20. Такая задача

возникла в связи с необходимостью повышения производительности труда, сокращения трудозатрат и времени выполнения анализа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для исследования использованы образцы эпоксидных смол марок ЭД-16 и ЭД-20 по ГОСТ 10587 [9] различных партий, произведенных в течение 2009 и 2010 г.г. Во всех образцах была определена массовая доля эпоксидных групп по методике, описанной в ГОСТ 12497 [8]. Данная методика основана на методе кислотно-основного титрования, абсолютная суммарная погрешность которой составляет $\pm 0.14\%$ мас. В результате был получен набор образцов эпоксидной смолы марки ЭД-16 с массовой долей эпоксидных групп $\omega_{\text{хим}}$ в диапазоне от 15.0 % до 18.0 % и смолы марки ЭД-20 с $\omega_{\text{хим}}$ в диапазоне от 20.0 % до 23.0 %.

Исследование проведено на БИК-спектрометре Antaris II фирмы Thermo Fisher Scientific, управляемым программным обеспечением Omnic, TQ Analyst, Result. Для ввода образцов использован модуль на пропускание, позволяющий регистрировать ИК-спектр жидких образцов, помещенных в пробирки или кюветы. Образцы эпоксидных смол были помещены в стеклянные пробирки высотой 40 мм и диаметром 8 мм. Регистрацию ИК-спектров образцов проводили при следующих условиях: оптическое разрешение – 4 см^{-1} , число сканирований – 48, усиление 1, аттенюатор – В Screen, диапазон волновых чисел от 4000 см^{-1} до 10000 см^{-1} . В качестве спектра сравнения использовался спектр пустой ячейки модуля на пропускание. После регистрации спектры образцов каждой марки эпоксидной смолы были разделены на два набора. Один из них (обучающий набор) использовался для построения калибровочных моделей и оценки ее параметров. Второй набор (проверочный) служил для проверки правильности и точности моделирования. Построение калибровочных моделей осуществлялось программным обеспечением TQ Analyst с помощью многомерных методов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Построение калибровочной модели для качественного определения марки эпоксидной смолы

Эпоксидные смолы марок ЭД-16 и ЭД-20 имеют близкий химический состав, однако различаются по массовой доле эпоксидных групп. Это отличие, проявляющееся в БИК-спектре в диапазоне волновых чисел от 6000 до 7000 см^{-1} (рис. 1), было использовано для качественного анализа эпоксидных смол, а именно – для определения принадлежности неизвестного образца эпоксид-

ной смолы к той или иной марке. Как показывает практика, при построении калибровочной модели предпочтение следует отдавать методам дискриминации с применением обучающего набора образцов, содержащих информацию о принадлежности к классам [10]. С помощью программного обеспечения TQ Analyst была построена модель классификации, основанная на методе главных

компонент (МГК). Обучающий набор состоял из ИК-спектров 30 образцов эпоксидной смолы марки ЭД-16 и 30 образцов эпоксидной смолы марки ЭД-20. На графике МГК-счетов (рис. 2) каждый образец изображен точкой. В результате на рис.2 видны две группы точек, достаточно удаленных друг от друга: одна группа соответствует марке ЭД-16, а другая – марке ЭД-20.

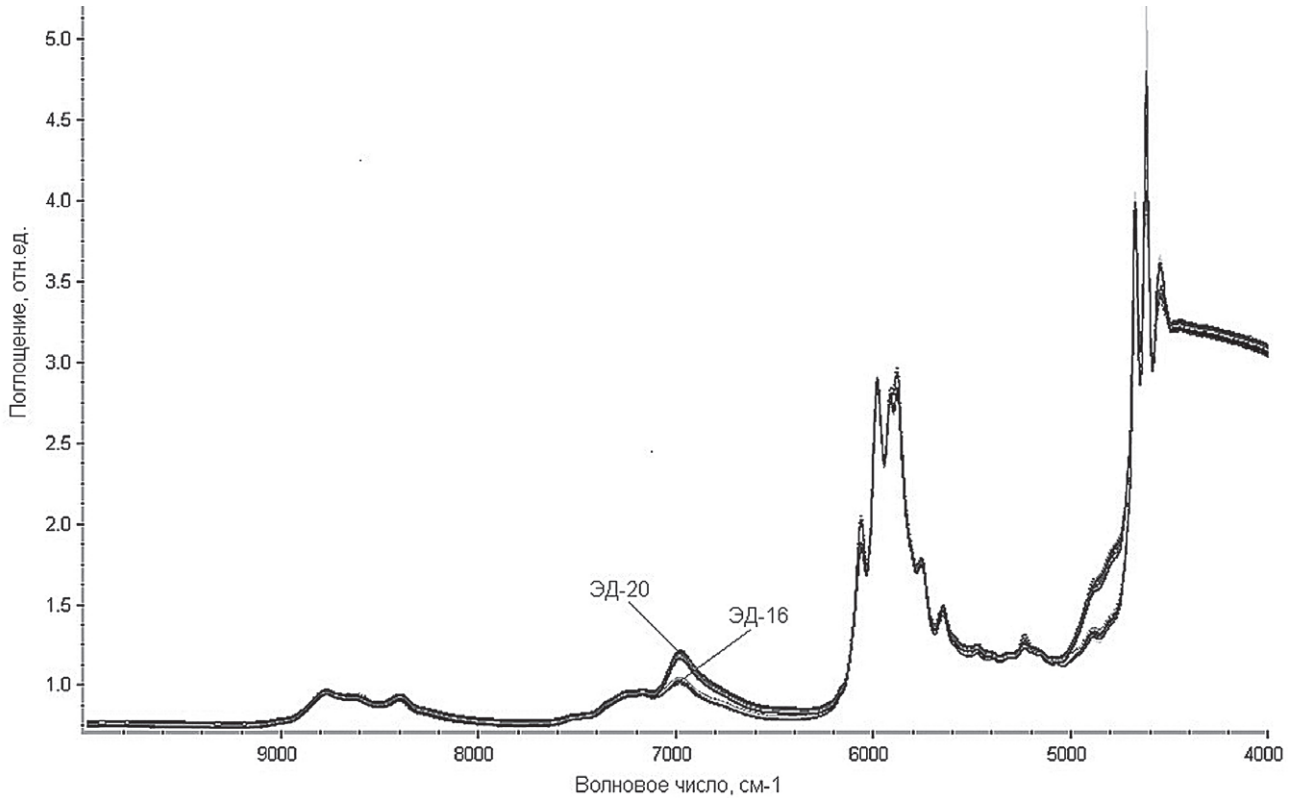


Рис. 1. ИК-спектры образцов эпоксидных смол ЭД-16 и ЭД-20

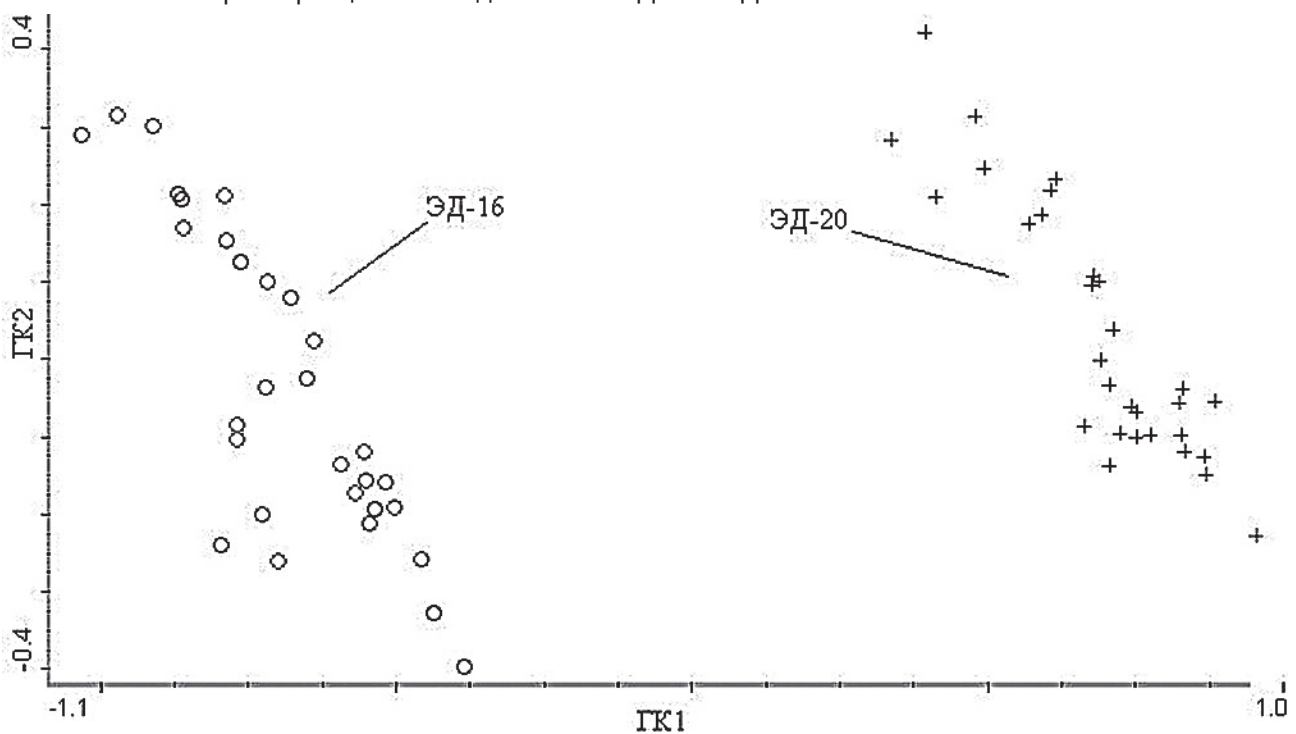


Рис. 2. Определение марки эпоксидной смолы с использованием графика МГК-счетов

Таким образом, с помощью многомерного метода МГК была построена модель классификации, позволяющая установить принадлежность образца к конкретной марке эпоксидной смолы. Определение марки эпоксидной смолы можно провести визуально при сопоставлении спектра исследуемого объекта со спектром известного образца, однако использование калибровочной модели позволяет автоматически отнести образец к той или иной марке.

Выбор диапазона волновых чисел

Известно, что в ближней ИК-области колебания эпоксидного кольца соответствуют волновым числам 4523 см^{-1} и 4510 см^{-1} [11-13], а также 6060 см^{-1} [7]. Чтобы выбрать оптимальную область для построения калибровочных моделей, условно выделено два диапазона $4300\text{-}4550 \text{ см}^{-1}$ и $6000\text{-}6900 \text{ см}^{-1}$. Затем с помощью программного обеспечения TQ Analyst для каждой марки эпоксидной смолы построены калибровочные модели. Для этого использован метод проекции на латентные структуры (ПЛС). Далее проведена оценка качества калибровочных моделей по нескольким критериям: среднеквадратические остатки калибровки (RMSEC), проверки (RMSEP), коэффициент корреляции (R^2) и количеству главных компонент [14, 15].

Из полученных данных (табл. 1) видно, что при использовании диапазона волновых чисел $6000\text{-}6900 \text{ см}^{-1}$ калибровочная модель для смолы ЭД-20 обладает наилучшими характеристиками: меньшим значением остатков RMSEC и RMSEP, большим значением R^2 . Коэффициент R^2 калибровочной модели, построенной для смолы ЭД-16 в диапазоне волновых чисел $4300\text{-}4500 \text{ см}^{-1}$, несколько больше, чем в диапазоне $6000\text{-}6900 \text{ см}^{-1}$. Однако низкое значение остатков RMSEC и RMSEP показало целесообразность использования диапазона $6000\text{-}6900 \text{ см}^{-1}$ для смолы ЭД-16. Количество главных ком-

понент для построенных моделей различается незначительно.

Построение калибровочной модели для определения массовой доли эпоксидных групп

Калибровочные модели для количественного определения устанавливают связь между спектральными данными и составом образцов. Построение калибровочных моделей осуществлялось с помощью программного обеспечения TQ Analyst с использованием многомерных методов: регрессии на главные компоненты (РГК) и ПЛС. Выбор многомерных методов основан на анализе литературных данных [10, 14, 15], где описано их использование для решения широкого круга задач. В качестве способа обработки исходных спектральных данных также использовано дифференцирование ИК-спектров (первая производная ИК-спектров). Для построения калибровочных моделей использовано два набора стандартов для каждой марки эпоксидной смолы. Обучающий набор состоял из 30 образцов, проверочный – из 14 образцов. Затем проводилась оценка точности и возможности применения на практике построенных калибровочных моделей по величинам: RMSEC, RMSEP, R^2 , количеству главных компонент [14, 15]. Значения параметров калибровочных моделей, условно обозначенных **a**, **b** и **c**, представлены в табл. 2 и 3.

Анализ полученных данных (табл. 2) показал, что для эпоксидной смолы марки ЭД-16 наиболее устойчивой и точной моделью является модель **a**. Несмотря на то, что при ее построении использовано наибольшее количество главных компонент, для нее характерны наименьшие значения величин RMSEC и RMSEP, а коэффициент корреляции R^2 наиболее приближен к единице. Для моделей **b** и **c** характерен относительно низкий коэффициент корреляции, следовательно, ухудшается согласованность между спектральными характеристиками и из-

Таблица 1

Параметры калибровочных моделей для определения массовой доли эпоксидных групп смол в различных диапазонах волновых чисел.

Параметр	ЭД-16		ЭД-20	
	4300-4500	6000-6900	4300-4500	6000-6900
Диапазон волновых чисел, см^{-1}	4300-4500	6000-6900	4300-4500	6000-6900
RMSEC, %	0.149	0.0995	0.172	0.0979
RMSEP, %	0.191	0.0648	0.253	0.0754
R^2	0.9452	0.9407	0.9319	0.9796
Количество главных компонент	3	4	4	5

Таблица 2

Параметры калибровочных моделей для БИК-спектрометрического определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ЭД-16 в диапазоне от 15.0 до 18.0 %

Параметр	Модель		
	a	b	c
Подготовка спектральных данных	Обработка не производилась	Обработка не производилась	Первая производная
Метод построения модели	ПЛС	РГК	ПЛС
Диапазон волновых чисел, см ⁻¹	6000-6900	6000-6900	6000-6900
R^2	0.9452	0.8262	0.8547
RMSEC, %	0.0995	0.238	0.158
RMSEP, %	0.0648	0.275	0.0997
Количество главных компонент	4	3	1

Таблица 3

Параметры калибровочных моделей для БИК-спектрометрического определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидной смоле ЭД-20 в диапазоне от 20.0 до 23.0 %

Параметр	Модель		
	a	b	c
Подготовка спектральных данных	Обработка не производилась	Обработка не производилась	Первая производная
Метод построения модели	ПЛС	РГК	ПЛС
Диапазон волновых чисел, см ⁻¹	6000-6900	6000-6900	6000-6900
R^2	0.9630	0.9242	0.9319
RMSEC, %	0.128	0.181	0.172
RMSEP, %	0.169	0.164	0.253
Количество главных компонент	4	2	4

вестным значением массовой доли эпоксидных групп. Кроме того, увеличение параметров RMSEC и RMSEP приводит к снижению точности построенных калибровочных моделей (табл. 2). Аналогичные результаты получены и для эпоксидной смолы марки ЭД-20 (табл. 3). Таким образом, использование метода ПЛС позволяет получить значения массовой доли эпоксидных групп с большей точностью, чем при использовании метода РГК. Дополнительная обработка спектральных данных не приводит к желаемому улучшению качества построенных калибровочных моделей.

В ходе дальнейшего исследования была построена калибровочная модель методом ПЛС сразу для двух марок. При этом обучающий набор состоял из 40 образцов, а проверочный – из 14 образцов. Диапазон измеряемых значений массовой доли эпоксидных групп при этом составил от 15.0 до 23.0 %. Оценка качества моделирования показала, что, несмотря на высокий коэффициент корреляции, данная модель не является точной, о чем свидетельствуют высокие значения характеристик RMSEC и RMSEP (табл. 4) по сравнению с другими моделями (табл. 2 и 3).

Таблица 4

Параметры калибровочной модели для определения массовой доли эпоксидных групп в эпоксидных смолах ЭД-16 и ЭД-20 в диапазоне от 15.0 до 23.0 %

Диапазон измеряемых массовых долей эпоксидных групп, %	Параметр				
	Диапазон волновых чисел, см ⁻¹	R^2	RMSEC, %	RMSEP, %	Количество главных компонент
От 15.0 до 23.0 вкл.	6000-6900	0.9831	0.443	0.449	3

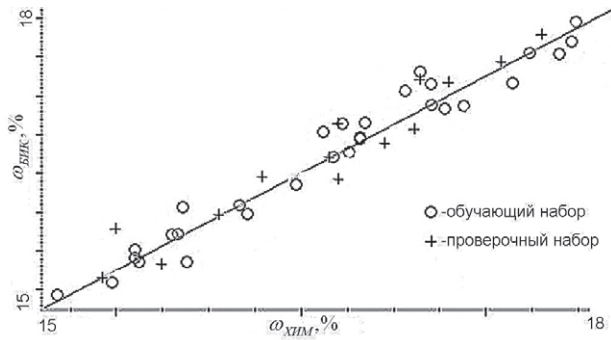


Рис. 3. Корреляционная зависимость результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом титрования $\omega_{\text{хим}}$ и методом БИК-спектроскопии $\omega_{\text{БИК}}$ в эпоксидной смоле ЭД-16

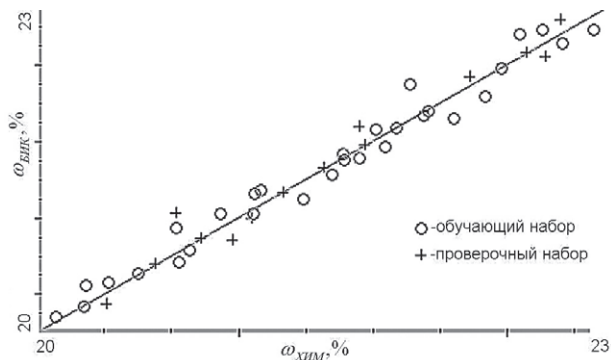


Рис. 4. Корреляционная зависимость результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом титрования $\omega_{\text{хим}}$ и методом БИК-спектроскопии $\omega_{\text{БИК}}$ в эпоксидной смоле ЭД-20

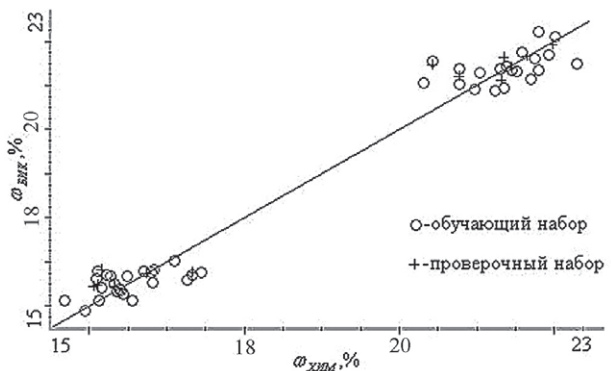


Рис. 5. Корреляционная зависимость результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом титрования $\omega_{\text{хим}}$ и методом БИК-спектроскопии $\omega_{\text{БИК}}$ в эпоксидных смолах ЭД-16 и ЭД-20

На рис. 3-5 представлено графическое изображение калибровочных моделей, представляющее собой корреляционные зависимости результатов определения массовой доли эпоксидных групп методом БИК-спектроскопии $\omega_{\text{БИК}}$ и методом титрования $\omega_{\text{хим}}$, а также линии регрессии.

Оценка метрологических характеристик методики

Оценка метрологических характеристик, а также аттестация методики осуществлялась в соответствии с действующими нормативными документами [16]. Для этого проведен набор статистических данных в трех точках диапазона определяемых массовых долей эпоксидных групп: для смолы марки ЭД-16 от 15.0 % до 18.0 %, для ЭД-20 – от 20.0 % до 23.0 %. В каждой выбранной точке диапазона проведено 20 измерений. В соответствии с [16, 17] показана нормальность распределения и однородность полученных результатов. Характеристика случайной составляющей погрешности $\epsilon_{\text{сх}}$ определена как близость результатов, полученных в условиях сходимости (табл. 5). Также экспериментальным путем проведена оценка погрешности, обусловленной факторами чистой воспроизводимости $\theta_{\text{чист.в}}$, т.е. приводящей к разбросу результатов измерений в условиях воспроизводимости за исключением факторов сходимости. При определении $\theta_{\text{чист.в}}$ учтена инструментальная погрешность и погрешность калибровочной модели (табл. 5). При оценке значимости систематической погрешности рассчитан неисключенный остаток систематической погрешности $\theta_{\text{с}}$ (табл. 5). Доверительные границы суммарной погрешности δ рассчитаны и приведены в табл. 5. Правильность оценена сравнением результатов измерения массовой доли эпоксидных групп в пробах смолы ЭД-16 и ЭД-20 различных партий методами БИК-спектроскопии и кислотно-основного титрования (табл. 6 и 7). Систематическая погрешность была признана незначимой, когда выполнялось следующее условие [16]:

$$|\omega_{\text{БИК}} - \omega_{\text{хим}}| < \theta_{\text{с}}$$

Полученные результаты показали отсутствие значимой систематической погрешности во всем диапазоне измерений разрабатываемой методики.

Выводы

В результате проведенного исследования показана возможность использования метода БИК-спектроскопии и хемометрики для анализа эпоксидных смол марок ЭД-16 и ЭД-20. Разработана методика определения марки эпоксидной смолы, а также методика определения массовой доли эпоксидных групп. Диапазон измеряемых значений для смолы марки ЭД-16 составил от 15.0 % до 18.0 %, для марки ЭД-20 – от 20.0 % до 23.0 %. В соответствии с требованиями ГОСТ 10587 массовая доля эпоксидных групп в смоле ЭД-16 должна составлять от 16.0 % до 18.0 %, а для марки ЭД-20 – от 20.0 % до 22.5 % [9], что соответствует диапазонам

Таблица 5

Характеристики относительной погрешности измерений массовой доли эпоксидных групп в смолах ЭД-16 и ЭД-20 методом БИК-спектрометрии

Диапазон измеряемых массовых долей эпоксидных групп, %	$\varepsilon_{сх.}$, %	$\theta_{чист.в.}$, %	θ_c , %	δ , %
От 15.0 до 18.0 вкл.	2.9	3.9	3.1	5.8
От 20.0 до 23.0 вкл.	1.5	3.3	2.8	4.3

Таблица 6

Результаты оценки значимости систематической погрешности при определении массовой доли эпоксидных групп методом БИК-спектрометрии в эпоксидной смоле ЭД-16

Образец	Результаты анализа		$ \omega_{БИК} - \omega_{хим} $	Абсолютное значение θ_c
	Метод БИК-спектрометрии $\omega_{БИК}$, %	Метод кислотно-основного титрования $\omega_{хим}$, %		
1	15.42	15.34	0.08	0.48
2	16.28	16.11	0.17	0.50
3	17.33	17.01	0.32	0.53
4	16.44	16.32	0.12	0.51
5	16.52	16.40	0.12	0.51
6	15.76	15.50	0.26	0.47
7	16.61	17.09	0.48	0.52

Таблица 7

Результаты оценки значимости систематической погрешности при определении массовой доли эпоксидных групп методом БИК-спектрометрии в эпоксидной смоле ЭД-20

Образец	Результаты анализа		$ \omega_{БИК} - \omega_{хим} $	Абсолютное значение θ_c
	Метод БИК-спектрометрии $\omega_{БИК}$, %	Метод кислотно-основного титрования $\omega_{хим}$, %		
1	20.62	20.32	0.30	0.57
2	22.30	22.26	0.04	0.62
3	21.48	21.45	0.03	0.60
4	21.44	21.24	0.20	0.60
5	20.11	20.43	0.32	0.57
6	22.50	22.45	0.05	0.63
7	21.49	21.90	0.41	0.61

разработанной методики. Относительная погрешность разработанной методики не превышает 6 %. Методика БИК-спектрометрического определения массовой доли эпоксидных групп применяется на ОАО «УЭХК» для проведения входного контроля качества эпоксидных смол марок ЭД-16 и ЭД-20, что позволяет значительно снизить трудозатраты и повысить производительность труда.

ЛИТЕРАТУРА

1. Чернин И.З., Смехов Ф.М., Жердев Ю.В.. Эпоксидные полимеры и композиции. М.: Химия, 1982. 230 с.
2. Диановые эпоксидные смолы марок ЭД-20, ЭД-16, ЭД-10, ЭД-8 / Гвириц Э.М. и [др.]. Л.: Ленинград, 1965. 50 с.
3. Геллера А.В., Гельмонта М.М. Справочник по композиционным материалам: Пер. с англ. В 2 т. М.: Машиностроение, 1988. Т. 1. 448 с.

4. Технология пластических масс / [Под ред. В.В.Коршака]. М.: Химия, 1985. 560 с.
5. ГОСТ 12497–78. Пластмассы. Методы определения содержания эпоксидных групп. М., 1978. 6 с.
6. Анализ конденсационных полимеров / Калинина Л.С. и [др.]. М.: Химия, 1984. 296 с.
7. Шараф М.А., Иллман Д.Л., Ковальски Б.Р.. Хемотрика. Л.: Химия. 1989. 270 с.
8. Near infrared spectroscopy. Principles. Instruments. Applications / W. Seisler et [al.]. Weinheim (Germany): WILEY-VCH Verlag GmbH, 2002. 348 p.
9. ГОСТ 10587-84. Смолы эпоксидно-диановые неотвержденные. Технические условия. М., 1984. 17 с.
10. Радионова О.Е., Померанцев А.Л.. Хемотрика: достижения и перспективы. // Успехи химии. 2006. Т. 75, № 4. С. 304-321.
11. Rigail-Ceden'o Andre's, Paik Sung C.S. Fluorescence and IR characterization of epoxy cured with aliphatic amines. // Polymer. 2005. V. 46. P. 9378-9384.
12. Mezzenga R., Boogh L., Manson J.-A.E. Evaluation of solubility parameters during polymerization of amine-cured epoxy resins. Laboratoire de Technologie des Composites et Polymeres (LTC). // J. of Polymer Science: Part B: Polymer Physics. 2000. V. 38. P. 1883-1892.
13. Mezzenga R., Boogh L., Manson J.-A.E. Effects of the branching architecture on the reactivity of epoxy-amine groups. // Macromolecules. 2000. V. 33. P. 4373- 4379.
14. 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. P. 922- 938.
15. Радионова О.Е. Интервальный метод обработки результатов многоканальных экспериментов. Дис. ... д-ра физ.-мат. наук. М., 2008. 273 с.
16. 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.
17. ГОСТ 8.207-76. Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения. М., 2005. 7 с.

EPOXY GROUPS MASS-FRACTION DETERMINATION IN EPOXY RESINS ED-16 AND ED-20 BY NEAR INFRARED SPECTROSCOPY

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

*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 resins ED-16 and ED-20 by near infrared (NIR) spectroscopy together with chemometric approaches have been studied. As a result of studies chemometric model based on 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 PLS-factors has been conducted. Precision of Test Method for epoxy groups mass-fraction determination by NIR spectroscopy does not exceed 6 %. The developed technique makes it possible to decrease considerably man-hours during incoming control of epoxy resin.

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