

	DIN EN 6042	
ICS 49.025.40 Luft- und Raumfahrt – Organische Verbindungen – Prüfverfahren – Analyse durch Infrarot-Spektroskopie; Deutsche und Englische Fassung EN 6042:2023 Aerospace series – Organic compounds – Test method – Analysis by infrared spectroscopy; German and English version EN 6042:2023 Série aéronautique – Composés organiques – Méthode d’essai – Analyse par spectroscopie infrarouge; Version allemande et anglaise EN 6042:2023 Gesamtumfang 57 Seiten DIN-Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL)		

Nationales Vorwort

Der Verband der Europäischen Luft-, Raumfahrt- und Verteidigungsindustrie – Normung (ASD-STAN) ist vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) für zuständig erklärt worden, Europäische Normen (EN) für das Gebiet der Luft- und Raumfahrt auszuarbeiten. Durch die Vereinbarung vom 3 Oktober 1986 wurde ASD Assoziierte Organisation (ASB) des CEN.

Das vorliegende Dokument (EN 6042:2023) wurde von ASD-STAN, Fachbereich Werkstoffe, unter Mitwirkung deutscher Experten des DIN-Normenausschusses Luft- und Raumfahrt (NL) erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 131-02-01 AA „Verbundwerkstoffe“ im DIN-Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL).

Entsprechend Beschluss 57/9 des Technischen Ausschusses des Beirats des DIN-Normenausschusses Luft- und Raumfahrt (NL) sind die europäischen Luft- und Raumfahrt-Normungsergebnisse zweisprachig, in Deutsch und Englisch, in das Deutsche Normenwerk zu überführen. Aus diesem Grund wurde der Deutschen Fassung dieses Dokuments die Englische Fassung hinzugefügt.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Deutsche Fassung

Luft- und Raumfahrt —
Organische Verbindungen —
Prüfverfahren —
Analyse durch Infrarot-Spektroskopie

Aerospace series —
Organic compounds —
Test method —
Analysis by infrared spectroscopy

Série aéronautique —
Composés organiques —
Méthode d'essai —
Analyse par spectroscopie infrarouge

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 12. Juni 2023 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Beer-Lambertsches Gesetz (Tangentenverfahren)	6
5 Bezeichnung des Verfahrens	7
6 Prüfgeräte	7
6.1 Spektrometer	7
6.1.1 Allgemeines	7
6.1.2 Wellenlängendispersives Spektrometer	7
6.1.3 Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FTIR-Spektrometer)	7
6.1.4 Kalibrierung	8
6.2 Probenahmeverfahren	8
7 Probekörper	8
7.1 Herstellung	8
7.2 Lagerung	8
8 Durchführung	8
8.1 Allgemeines	8
8.2 Pressverfahren	8
8.3 Schichtauftrag auf eine Trägerplatte	8
8.4 Schichtauftrag zwischen zwei Trägerplatten	9
8.5 Lösen und Pressen	9
8.6 Auflösen	9
8.7 Flüssigkeitsküvette	9
8.8 Gasküvette	9
9 Analyse und Auswertung der Spektren	9
9.1 Einleitung	9
9.2 Qualitative Auswertung	10
9.3 Halbquantitative Auswertung	10
9.3.1 Allgemeines	10
9.3.2 Errechnen des Infrarot-Index	10
9.3.3 Gültigkeit der Auswertung	11
9.4 Quantitative Auswertung	11
9.4.1 Allgemeines	11
9.4.2 Vorkalibrierung	12
9.4.3 Anwendung des Spektrums	12
10 Prüfbericht	14
Anhang A (normativ) Pressverfahren (Verfahren A)	16
A.1 Allgemeines	16
A.2 Geräte und Reagenzien	16
A.3 Durchführung	16
A.3.1 Probenahme	16
A.3.2 Spektrenaufzeichnung	17
Anhang B (normativ) Schichtauftrag auf eine Trägerplatte (Verfahren B)	18
B.1 Allgemeines	18
B.2 Geräte und Reagenzien	18
B.3 Durchführung	18
B.3.1 Probenahme	18
B.3.2 Spektrenaufzeichnung	19

Anhang C (normativ) Schichtauftrag zwischen zwei Trägerplatten (Verfahren C) 20

C.1 Allgemeines 20

C.2 Geräte und Reagenzien 20

C.3 Durchführung 20

C.3.1 Probenahme 20

C.3.2 Spektrenaufzeichnung 21

Anhang D (normativ) Lösen und Pressen (Verfahren D) 22

D.1 Allgemeines 22

D.2 Geräte und Reagenzien 22

D.3 Durchführung 22

D.3.1 Probenahme 22

D.3.2 Spektrenaufzeichnung 23

Anhang E (normativ) Auflösen (Verfahren E) 24

E.1 Allgemeines 24

E.2 Geräte und Reagenzien 24

E.3 Durchführung 24

E.3.1 Ansetzen der Lösung 24

E.3.2 Filtrieren 25

E.3.3 Spektrenaufzeichnung 25

Anhang F (normativ) Flüssigkeitsküvette (Verfahren F) 26

F.1 Allgemeines 26

F.2 Geräte und Reagenzien 26

F.3 Durchführung 26

Anhang G (normativ) Gasküvette (Verfahren G) 27

G.1 Allgemeines 27

G.2 Geräte und Reagenzien 27

G.3 Durchführung 27

Bilder

Bild 1 — Typisches Spektrum — „TGMDA/DDS“ und „Lösen/Pressen CH₂Cl₂“ 10

Bild 2 — Das Beer-Lambertsches Gesetz — Definitionen 11

Bild 3 — Spektrum, Beispiel 13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 6042:2023) wurde vom Verband der Europäischen Luft-, Raumfahrt- und Verteidigungsindustrie — Normung (ASD-STAN) erstellt.

Nachdem Umfragen und Abstimmungen entsprechend den Regeln dieses Verbandes durchgeführt wurden, hat dieses Dokument die Zustimmung der nationalen Verbände und offiziellen Behörden der Mitgliedsländer von ASD-STAN erhalten, bevor es CEN vorgelegt wurde.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2024 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt das Prüfverfahren fest, das die Grundlagen für die infrarot-spektrophotometrische Analyse von organischen Verbindungen (Elastomere, Basisharze, Harzgemische oder Harzsysteme) beschreibt, die als Matrix in verstärkten Polymeren, Klebstoffen, Haftgrundmitteln und allgemein in allen organischen Verbindungen verwendet werden.

Das Verfahren könnte auch bei bestimmten anorganischen Stoffen angewendet werden.

Es wird vorausgesetzt, dass es in Verbindung mit speziellen, in der Werkstoffnorm, die dieses Verfahren anführt, festgelegten Prüfbedingungen angewendet wird.

Dieses Dokument enthält keine Anweisungen in Bezug auf die einzuhaltenden Gesundheits- und Sicherheitsanforderungen. Es ist die Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, die jeweils erforderlichen Gesundheits- und Sicherheitsvorkehrungen zu treffen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 2743, *Luft- und Raumfahrt — Faserverstärkte Kunststoffe — Standardverfahren für Vorbehandlung vor der Prüfung von nicht gealterten Werkstoffen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Basisharz

Hauptbestandteil eines Harzsystems

3.2

Harzgemisch

Harzsystem

Reinharz

Harz

Basisharz + Füllstoffe + Zusatzstoffe + Katalysator + Härter + Beschleuniger + Verdünner

3.3

Prepreg-Harz

aus einem Prepreg isoliertes Harz

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

4.1 Allgemeines

Organische Moleküle bestehen aus Atomen, die miteinander verbunden sind. Viele dieser Bindungen schwingen bei einer spezifischen Frequenz aus dem Infrarot (IR)-Bereich.

Trifft ein monochromatischer IR-Strahl auf das Molekül auf, und entspricht seine Frequenz einer natürlichen Schwingungsfrequenz zwischen funktionellen Gruppen, wird Energie aus dem Strahl absorbiert.

Durch Verändern der Wellenlänge des Strahls wird somit eine Reihe von Absorptionslinien erzeugt, die den verschiedenen Molekularbindungen entsprechen. Diese Linien bilden ein Spektrum. Die Probe wird einem Strahl bei allen in Frage kommenden Frequenzen ausgesetzt und ein Rechner ermittelt, welche Wellenlängen absorbiert wurden. Vorzugsweise wird die Fourier-Infrarot-Transformation (FTIR) angewendet.

Das IR-Absorptionsspektrum ist reproduzierbar, es wird nicht wesentlich vom Gerät beeinflusst. Es kann verwendet werden, um

- die wesentlichen organischen funktionellen Gruppen des Moleküls zu identifizieren (Carbonyl, Ether, Amin, Epoxid etc.) zu identifizieren und
- einen Stoff durch Vergleich mit Referenzspektren zu identifizieren.

4.2 Beer-Lambertsches Gesetz (Tangentenverfahren)

Für jede Absorptionslinie im IR-Spektrum (siehe Bild 2) kann eine Tangente an die Transmissionsmaxima auf beiden Seiten der Bande gelegt werden. Das Absorptionsgesetz nach Beer lautet dann:

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \varepsilon \cdot C \cdot L$$

Dabei ist

A die Extinktion;

I der spektrale Transmissionsgrad bei maximaler Absorption in der Bande (siehe Bild 2);

I_0 der von der an die Wellenlänge mit maximaler Absorption gelegte Tangente abgelesene spektrale Transmissionsgrad (siehe Bild 2);

ε der Extinktionskoeffizient (charakteristisch für die Bindung, die die Absorption verursacht);

C die Konzentration;

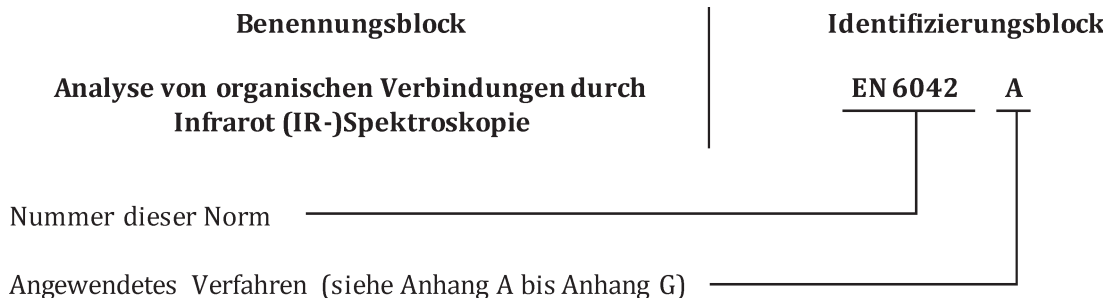
L die Schichtdicke (in der Probe zurückgelegte optische Weglänge).

Für eine gegebene Absorptionsbande sind ε und L konstant, und die Extinktion A ist somit direkt proportional zur Konzentration C .

5 Bezeichnung des Verfahrens

Die Bezeichnung des verwendeten Verfahrens muss wie folgt aufgebaut werden:

BEISPIEL



6 Prüfgeräte

6.1 Spektrometer

6.1.1 Allgemeines

Zwei Spektrometer-Typen werden verwendet, die den Messbereich von 400 cm^{-1} bis $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ($2,5\text{ }\mu\text{m}$ bis $25\text{ }\mu\text{m}$) abdecken. Diese Geräte erzeugen dieselbe Art von Spektrum.

6.1.2 Wellenlängendispersives Spektrometer

Eine polychromatische IR-Quelle erzeugt einen Strahl, der von der Probe teilweise absorbiert wird und dann in einen Monochromator eintritt. Aus dem Monochromator tritt dann ein monochromatischer Strahl der Wellenlänge λ aus.

Eine Erfassungseinrichtung misst die Stärke dieses Strahles und übermittelt das Ergebnis an eine Aufzeichnungsvorrichtung. Der Monochromator tastet die Wellenlänge ab, und die Aufzeichnungsvorrichtung erzeugt so das IR-Absorptionsspektrum der Probe. Die spektrale Auflösung bei $3\,000\text{ cm}^{-1}$ muss besser als 5 cm^{-1} und bei $1\,000\text{ cm}^{-1}$ besser als 3 cm^{-1} sein.

6.1.3 Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FTIR-Spektrometer)

Die Fouriertransformation ist eine grundlegende Rechenoperation, die eine periodische Zeitfunktion in eine Frequenzfunktion umwandelt.

Im FTIR-Spektrometer ist das optische dispersive Element durch ein Interferometer ersetzt. Das Absorptionsspektrum $A = f(\lambda)$ ist die Fouriertransformation des erhaltenen Interferenzdiagramms; diese Operation wird von einem an das Spektrometer angeschlossenen Rechner durchgeführt. Die FTIR-Spektroskopie bietet folgende Vorteile:

- schneller;
- besseres Auflösungsvermögen (1 bis 2 cm^{-1});
- höhere Empfindlichkeit, da der Energieverlust geringer ist, und die verwendeten Erfassungseinrichtungen empfindlicher sind,
- besser geeignet für empfindliche Stoffe, die sich mit der Zeit verändern.

6.1.4 Kalibrierung

Wellenlänge und Absorption müssen mit vom Gerätelieferer empfohlenen Referenzsubstanzen (z. B. Polystyrolfolie) kalibriert werden.

6.2 Probenahmeverfahren

Die Probenahmeverfahren sowie die verfahrensspezifischen Geräte und Reagenzien sind in Anhang A bis Anhang G festgelegt.

7 Probekörper

7.1 Herstellung

Ganz allgemein muss die Analysenprobe für die Gesamsubstanz repräsentativ sein. d. h. die Stoffmenge aller Bestandteile muss reproduzierbar sein.

Bei verstärkten Erzeugnissen ist es zur Isolierung des Harzsystems normalerweise erforderlich, mit einem geeigneten Verfahren (Lösemittel-Extraktion, Verdampfen, Zentrifugieren etc.) den Träger (Fasern oder Gewebe), alle mineralischen Füllstoffe und die Lösemittel zu entfernen.

Anschließend sind alle nötigen Vorkehrungen zu treffen, um eine homogene Probe aus dem Komponentengemisch zu erhalten, von denen einige zur Entmischung neigen. Ein Harzsystem kann einige unlösliche, einige teilweise lösliche sowie einige vollständig lösliche Bestandteile enthalten.

7.2 Lagerung

Die Lagerungsbedingungen der Analysenprobe müssen so sein, dass die Probe sich zwischen Probenahme und Analyse bzw. zwischen zwei Analysen nicht verändert.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Die Prüfung muss bei $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ und $(50 \pm 5)\%$ relativer Luftfeuchte (entsprechend Bedingungen nach EN 2743 B) durchgeführt werden.

Verschiedene IR-spektrophotometrische Verfahren können angewendet werden. Die Unterschiede liegen in der Probenvorbereitung und -handhabung bzw. in der Art des erwarteten Ergebnisses.

In den Anhängen sind die besonderen Merkmale der verschiedenen Verfahren beschrieben.

8.2 Pressverfahren

Dieses Verfahren wird für Feststoffe angewendet, die unlöslich oder schwer löslich sind, wie z. B. Elastomere und gehärtete Stoffe.

Dieses Verfahren ist in Anhang A beschrieben.

Es liefert qualitative und bedingt auch halbquantitative Ergebnisse.

8.3 Schichtauftrag auf eine Trägerplatte

Dieses Verfahren wird häufig für pastöse, viskose organische Stoffe angewendet. Die aufgetragene Schicht kann heterogen und schwer reproduzierbar sein.

Dieses Verfahren ist in Anhang B beschrieben.

Es liefert nur qualitative Ergebnisse.

8.4 Schichtauftrag zwischen zwei Trägerplatten

Dieses Verfahren wird häufig für pastöse und viskose organische Stoffe angewendet. Die aufgetragene Schicht bildet einen homogenen, reproduzierbaren dünnen Film.

Dieses Verfahren ist in Anhang C beschrieben.

Es liefert qualitative und halbquantitative Ergebnisse.

8.5 Lösen und Pressen

Dieses Verfahren kann für feste oder pastöse Stoffe angewendet werden, selbst wenn diese nicht vollständig löslich sind.

Dieses Verfahren ist in Anhang D beschrieben.

Es liefert qualitative und halbquantitative Ergebnisse.

8.6 Auflösen

Dieses Verfahren kann zur Ermittlung des Anteils einer Komponente in einem Harzsystem angewendet werden, indem die Extinktion mit derjenigen verglichen wird, die bei einer vorangegangenen Kalibrierung mit einer Lösung bekannter Konzentration erhalten wurde.

Das Verfahren ist in Anhang E beschrieben.

Es liefert qualitative, halbquantitative und quantitative Ergebnisse.

8.7 Flüssigkeitsküvette

Dieses Verfahren wird für flüssige oder gelöste Stoffe angewendet.

Dieses Verfahren ist in Anhang F beschrieben.

Es liefert qualitative, halbquantitative und quantitative Ergebnisse.

8.8 Gasküvette

Dieses Verfahren wird für gasförmige Stoffe angewendet.

Dieses Verfahren ist in Anhang G beschrieben.

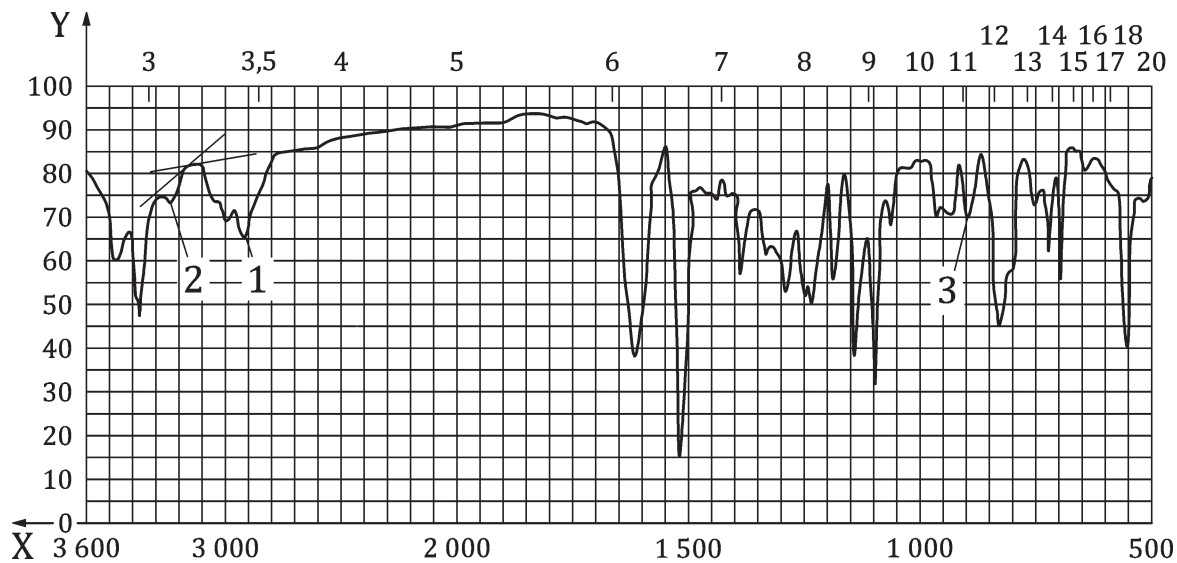
Es liefert qualitative Ergebnisse und kann zur Ermittlung des Anteils der einzelnen Komponenten in dem Gasgemisch eingesetzt werden, indem die gemessene Extinktion mit derjenigen verglichen wird, die bei einer vorangegangenen Kalibrierung mit einem Gemisch bekannter Konzentration erhalten wurde (quantitative Ergebnisse).

9 Analyse und Auswertung der Spektren

9.1 Einleitung

Das Beispiel eines typischen Spektrums ist in Bild 1 dargestellt.

Je nach Vorbereitung der Analysenprobe können die Ergebnisse auf mehrere Arten ausgewertet werden.



Legende

- X Wellenzahl (cm^{-1})
Y Transmissionsgrad (%)
1 CH_2 Referenz
2 NH_2 (Härter - x)
3 Epoxid

Bild 1 — Typisches Spektrum — „TGMDA/DDS“ und „Lösen/Pressen CH_2Cl_2 “

9.2 Qualitative Auswertung

Innerhalb der verfahrensbedingten Grenzen kann hiermit das Material durch Vergleich mit einem in der Produktnorm vorgegebenen oder im Rechner gespeicherten Referenzspektrum überprüft werden. Die geprüften Merkmale sind das Auftreten, Verschwinden oder die Veränderung der Absorptionsbande. Es ist auch möglich, spezifische Banden (funktionelle Gruppen) zu bestimmen und anhand dieser üblicherweise die Hauptkomponenten zu identifizieren.

9.3 Halbquantitative Auswertung

9.3.1 Allgemeines

Bei der halbquantitativen Auswertung wird die Banden-Intensität gemessen, und dann werden die Infrarot-Indizes errechnet.

9.3.2 Errechnen des Infrarot-Index

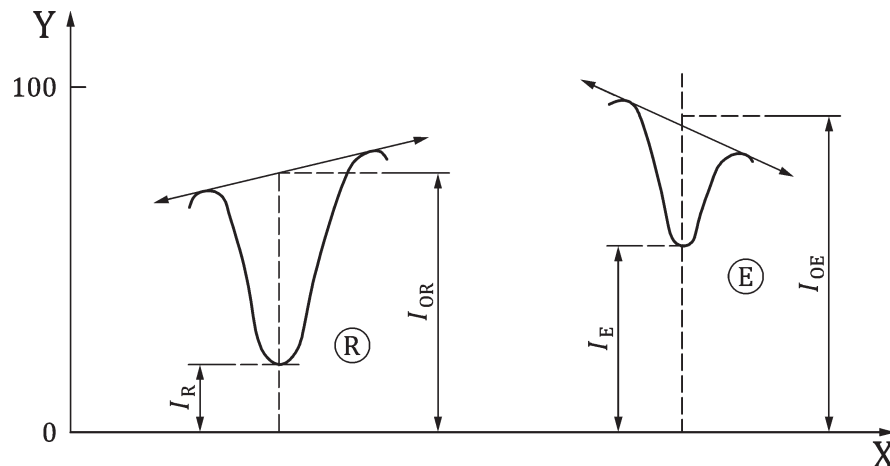
Der Infrarot-Index gibt die Konzentration einer Funktion zur anderen an. Der Index wird aus dem Extinktionsverhältnis ermittelt.

- Angenommen, E sei die quantitativ auszuwertende Absorptionsbande.
- Im Infrarot-Spektrum wird eine Referenzbande R ermittelt.
- Diese Bande muss unveränderlich sein: Die Bindung muss nichtreaktiv sein, und ihre Intensität darf von Systemveränderungen nicht beeinflusst werden.
- Die Extinktion dieser Bande muss in derselben Größenordnung wie die der Bande E liegen.

Der der Bande E entsprechende Infrarot-Index I_E wird dann wie folgt errechnet:

- Errechnung der Extinktion $A_E = \log \frac{I_{OE}}{I_E}$ (siehe Bild 2).
- Errechnung der Extinktion $A_R = \log \frac{I_{OR}}{I_R}$ (siehe Bild 2).
- Der Infrarot-Index I_E wird wiedergegeben durch $I_E = \frac{A_E}{A_R}$

Dieser Index I_E ist unabhängig von der Probenmenge und proportional zur Konzentration der chemischen Funktion E im Verhältnis zu der chemischen Funktion R.



Legende

X Wellenzahl (cm^{-1})

Y Transmissionsgrad (%)

Bild 2 — Das Beer-Lambertsches Gesetz — Definitionen

9.3.3 Gültigkeit der Auswertung

Nach dem Kalibrieren mit bekannten Standardlösungen, die die Beziehung $I_E = f(C_E)$ ergeben, in der C_E die Konzentration der Funktion oder Verbindung ist, für die die Absorption der Bande E spezifisch ist, kann Folgendes ermittelt werden:

- der Anteil bestimmter funktioneller Gruppen, Epoxid, Amin, Alkohol;
- das Verhältnis einer Verbindung zur anderen.
- Ohne Kalibrierung können die Infrarot-Indizes immer noch dazu herangezogen werden, Schwankungen in der Zusammensetzung und die Anteile der Funktionen aufzuzeigen.

Die Gültigkeit der Infrarot-Index-Messung hängt von der Qualität der Probenahme und der des IR-Spektrums ab.

Die Extinktion in den gemessenen Banden muss im Durchschnitt zwischen 0,050 und 0,400 liegen.

9.4 Quantitative Auswertung

9.4.1 Allgemeines

Hierin wird die Extinktion in einer für die zu bestimmende Komponente spezifischen Bande mit derjenigen verglichen, die durch Kalibrierung mit einer Lösung bekannter Konzentration erhalten wurde.

Zu diesem Zweck wird das Beer-Lambertsche Gesetz (siehe 4.2) auf das Ergebnis der Kalibrierung mit bekannten Standardlösungen angewandt. Anders als beim Index-Verfahren kann dieses Verfahren nur für flüssige und gasförmige Gemische und vollständig in Lösemitteln lösliche Stoffe angewendet werden.

9.4.2 Vorkalibrierung

Die Arbeitsbedingungen müssen identisch denen der eigentlichen Messung sein. Zweck der Kalibrierung ist:

- den Konzentrationsbereich festzustellen, in dem das Beer-Lambertsche Gesetz gilt, um somit das Verdünnungsverhältnis für die zu untersuchende Probe zu bestimmen, in dem sie anschließend verdünnt werden muss;
- die Beziehung Extinktion/Konzentration im gewählten Verdünnungsbereich zu bestimmen. Dabei kann eine der beiden nachgenannten Verfahren angewendet werden:
 - eine Kalibrierlösung, die die zu messenden Werte umfasst, wird aus reinen Stoffen hergestellt;
 - die B -Koeffizienten im Beer-Lambertschen Gesetz können experimentell ermittelt werden:

$$A = A_0 + B \cdot C = A_0 + \varepsilon \cdot L \cdot C$$

Dabei ist

A die Extinktion;

C die zu messende Konzentration;

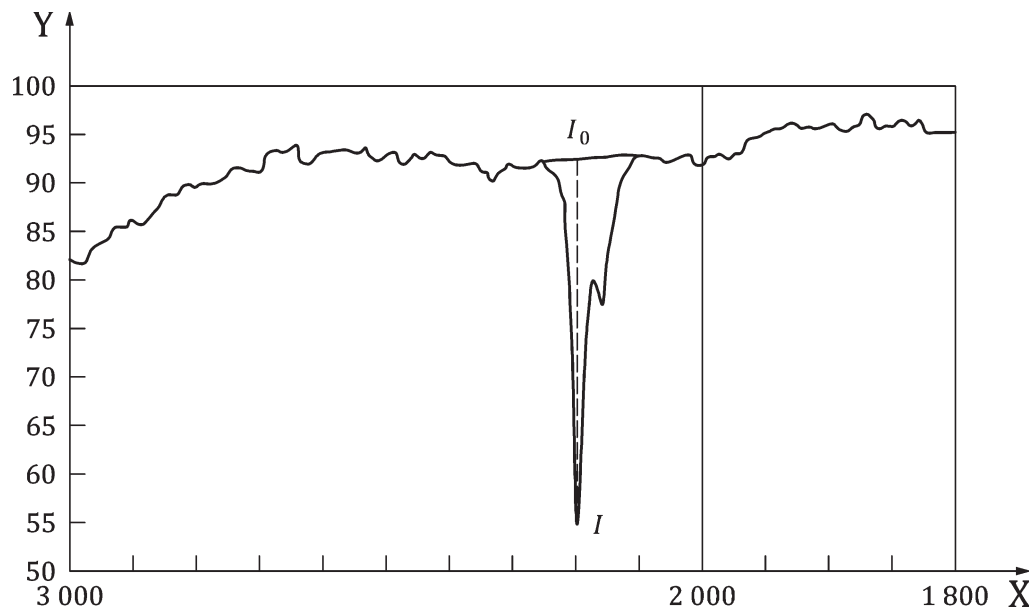
$B \ \varepsilon \cdot L$;

ε der Extinktionskoeffizient;

L die Schichtdicke.

9.4.3 Anwendung des Spektrums

Ein Spektrum ist als Beispiel in Bild 3 dargestellt.



Legende

X Wellenzahl (cm^{-1})

Y Transmissionsgrad (%)

Bild 3 — Spektrum, Beispiel

Daraus kann ermittelt werden:

— Konzentration C_x der Komponente x in der Lösung.

Es gibt zwei mögliche Verfahren:

— durch Auftragen des Wertes A_x in der Kalibrierkurve (siehe 9.4.2);

— rechnerisch, sofern der Beer-Lambertsche Koeffizient B bekannt ist:

$$C_x = \frac{A_x}{B}$$

Dabei ist

C_x die Konzentration der Komponente x, in mg/ml;

A_x die Extinktion der Komponente x;

$B = \varepsilon \cdot L$;

ε der Extinktionskoeffizient;

L die Schichtdicke.

— Masse M_x der Komponente x, in Milligramm, in der untersuchten Probe:

$$M_x = C_x \cdot V$$

Dabei ist

V das Volumen der Lösung, in Milliliter.

— Prozentsatz T_x der Komponente im Gemisch, in %:

$$T_x = \frac{M_x}{M} \times 100$$

Dabei ist

M die Masse der Probe, in Milligramm.

ANMERKUNG 1 Bei Harz und Fasern oder anderen Trägern (z. B. Prepreg, Klebfolie).

$$T_x = \frac{M_x}{M_R} \times 100$$

$$M_R = M - M_F$$

Dabei ist

M_R die Harzmasse, in Milligramm;

M_F die Faser- oder Trägermasse der Probe, in Milligramm.

ANMERKUNG 2 Bei Harzlösungen (z. B. Haftgrundmittel).

$$T_x = \frac{M_x}{M \times ES} \times 100$$

Dabei ist

ES das Trockenextrakt des untersuchten Stoffes.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss unter Hinweis auf dieses Dokument folgende Angaben enthalten:

- a) vollständige Beschreibung des geprüften Stoffes, einschließlich Name des Herstellers, Bezeichnung, Losnummer usw.;
- b) alle Angaben zur Probekörperherstellung, einschließlich:
 - 1) Lagerungszeit bei Raumtemperatur;
 - 2) Probenahmeverfahren (siehe Abschnitt 8);
 - 3) Lösetemperatur und -zeit (sofern zutreffend);
 - 4) Zusammensetzung des verwendeten Lösungsmittels (sofern zutreffend);
 - 5) Datum, an dem die Lösung angesetzt und/oder die Pellets hergestellt wurde(n);
 - 6) Erzeugnisspezifische Unterlagen zur Probekörperherstellung (sofern zutreffend);
- c) Prüfdatum, Prüfort und Identität der prüfungsdurchführenden Personen;
- d) Geräte und Prüfparameter;
- e) bei qualitativer Analyse:

- 1) Lage der auftretenden Spitzen im Vergleich zum Bezugsspektrum;
 - 2) Lage der wegfallenden Spitzen im Vergleich zum Bezugsspektrum;
 - 3) Lage der Spitzen, deren Form von der im Bezugsspektrum abweicht;
- f) bei quantitativer Analyse:
- 1) Komponentenkonzentration C_x ;
 - 2) Komponentenmasse M_x ;
 - 3) prozentualer Anteil T_x der Komponente in dem untersuchten Stoff;
- g) bei halbquantitativer Analyse:
- 1) die für die zu ermittelnden Indizes I_E, I_x, I_y ausgewählten spezifischen Absorptionsbanden;
 - 2) Lage der Referenzbande R;
 - 3) Identifizierung dieser Banden: A_R, A_E, A_x, A_y usw.;
 - 4) die entsprechenden Indizes I_E, I_x, I_y ;
- h) alle Vorkommnisse, die eventuell die Ergebnisse beeinflusst haben, sowie alle Abweichungen von diesem Dokument.

Anhang A (normativ)

Pressverfahren (Verfahren A)

A.1 Allgemeines

Dieser Anhang beschreibt das angewendete Verfahren, um Feststoffproben für die IR-spektrophotometrische Analyse zu erhalten.

A.2 Geräte und Reagenzien

- Pistill und Mörser aus Achat.
- Skalpellklinge oder Feile.
- Trockenes Kaliumbromidpulver (spektrophotometrische Qualität).
- Vakuum-Pressform zur Herstellung von Pellets mit einem Durchmesser von 15 mm bis 25 mm.
- Hydraulische Presse.

A.3 Durchführung

A.3.1 Probenahme

- Etwa 0,1 g des pulverisierten Stoffes in einen Mörser geben. Der Stoff kann pulverisiert werden durch:
 - Zerreiben;
 - Abschaben mit einer Skalpellklinge;
 - Feilen.
- Etwa 3 g Kaliumbromid zugeben.
- Die zu untersuchende Probe und das Kaliumbromid mit einem Spatel sorgfältig mischen.
- Das Pulver fein zerreiben.
- Das Pulver in die Pressform einfüllen.
- Das Pulver 10 min auf 1,3 mbar evakuieren.
- Das Pulver, nach wie vor unter Vakuum, 5 min mit einem Druck von etwa 70 bar verdichten.
- Das Pellet aus der Pressform nehmen und in den Probenhalter des IR-Spektrometers legen.
- Eine schnelle manuelle Abtastung durchführen, um sicherzustellen, dass das Spektrum korrekt ist: über 10 % Transmission über das gesamte Spektrum und über 55 % Transmission bei $4\,000\text{ cm}^{-1}$.

Scheint das Spektrum nicht korrekt zu sein, eine vollständig neue Probe herstellen, dabei die dem Kaliumbromid zugegebene Pulvermenge variieren, Arbeitsgang nach A.3.1 wiederholen.