

中华人民共和国航空航天工业部航空工业标准

HB 5416—1988

航空非金属材料红外光谱检验方法

1 适用范围

本方法适用于航空非金属材料的化学组份检验。也适用于其它非金属材料的检验。

2 检验原理

用所测试样的红外光谱图和商品标样的红外光谱图进行对照,达到鉴别试样的目的。

3 仪器、器械及化学药品

- 3.1 仪器 红外分光光度计波长范围应不少于 $4000\sim 650\text{cm}^{-1}$,分辨率应不低于 $4\text{cm}^{-1}/1000\text{cm}^{-1}$ 。
- 3.2 器械离心机、试样压机、制样模具、玛瑙研钵液体吸收池, KBr 盐片、盐片抛光工具等。
- 3.3 化学药品 溴化钾、丙酮、苯、氯仿、二氯乙烷、三氯甲烷、甲醇、无水乙醇、乙酸乙酯、甲酸等,均为分析纯或化学纯级。

4 取样

4.1 固体样品 随机选取样品。坚硬样品刮成粉末,其它样品剪成碎块。对含有炭黑、石墨及二硫化钼等黑色填料的固体样品应经预处理后进行取样,样品的预处理方法见 5。其他固体样品均可直接取样。

4.2 液体样品液体样品搅拌均匀后,将少许样品置于称量瓶中。

5 样品的预处理

5.1 溶解法 适用于可溶解的聚合物样品。取 $0.2\sim 0.5\text{g}$ 样品置于良溶剂或混合溶剂中,使其完全溶解。若样品中含有炭黑、石墨及二硫化钼等黑色填料时,溶液应离心分离,取其清液。部分高聚物所用溶剂可参考附表。

5.2 热裂解法 适用于不可溶解的聚合物样品。取约 0.5g 样品碎块置于试管中加热裂解,并收集其液。若裂解产物仅为雾气时,可将盐片置于管口熏涂。

5.3 灰化法 适用于含无机填料的样品。取 $0.5\sim 1.0\text{g}$ 样品或离心分离的沉淀物置于坩埚中灼烧至全灰化,收集剩余物。

6 试样制备

6.1 KBr 压片法 取约 0.5mg 固体样品置于玛瑙研钵中,加入约 100mg KBr 粉末,研细混匀后置于模具中,在压机上压成透明试片,对于难研磨样品可加适量的良溶剂助磨。本方法适用于塑料制品、复合材料、灌注料、绝缘材料、纺织品和无机填料等。

6.2 铸膜法 分离后的清液及聚合物溶液。用不锈钢勺蘸取 2 滴左右液体样品置于 KBr 盐片上,倾斜盐片使样品流成均匀的液膜,在红外线灯下烘烤至溶剂完全挥发。本方法适用于含有炭黑、石墨及二硫化钼等深色填料的涂料、胶粘剂、密封胶、热塑性塑料、透明材料及混炼胶等。

6.3 液膜法 不需处理的较易流失、易挥发的液体及各种粘稠状样品。用不锈钢勺蘸取 2 滴左右样品置于 KBr 盐片上,并用另一块同样大小盐片盖压上,对于粘稠状样品小心地增加压力,必要时可稍加热,使

其在盐片间形成均匀的液膜。本方法适用于不含炭黑、石黑及二硫化钼等浅色填料的涂料,胶粘剂、清漆、合成液压油及润滑脂等。

6.4 涂片法 热裂解法处理得到的液体和量极少的样品。用不锈钢勺蘸取少许样品涂于 KBr 盐片上呈均匀的液膜。本方法适用于碳纤维增强塑料、含有炭黑、石黑及二硫化钼等深色填料的塑料制品及橡胶制品等。

6.5 液体池法 各种易挥发的液体。用微量注射器将液体注入液体池中。本方法适用于燃油、汽油、石油基液压油等。

7 红外光谱图的绘制

7.1 接通电源,使仪器处于工作状态。

7.2 选取波长扫描范围至少应在 $4000\sim 650\text{cm}^{-1}$ 。

7.3 将试样固定在样品架中,插入仪器的样品光路架上。

7.4 调试试样的红外光谱图基线,在 1900cm^{-1} 透过率应控制在 $80\sim 90\%$ 。

7.5 扫描试样光谱图全程,寻找试样的最强吸收谱带,使试样最强吸收谱带的透过率控制在 $5\sim 10\%$,若不在此范围内,应重复 7.4 和 7.5 条操作,重新选取试样厚度。

7.6 打印峰值表。

8 航空非金属材料化学组分红外光谱图的检验。

8.1 将绘制的红外光谱图与航空非金属材料商品的标准红外光谱图进行对照,比较各个吸收谱带的位置、形状和强度是否吻合,图谱吻合则为该种商品材料。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容

a 试验材料名称或代号; b 试验材料的来源; c 试验室温度、相对湿度; d 试验结果; e 试验者、复核者; f 试验日期。

附表

部分高聚物在有机溶剂中的溶解性

溶剂	能溶解的聚合物	不溶解的聚合物
丙酮	环氧树脂类、聚丙烯酸酯类、聚乙酸乙烯酯、聚乙烯醇缩醛类、聚乙烯醚醋酸纤维素、硝化纤维素、醇酸树脂、酚醛树脂过氯乙烯树脂、丁腈橡胶、氯化橡胶、聚硫橡胶。	天然橡胶、聚丙烯腈、聚丁二烯、聚乙烯醇
丁酮	氟橡胶、聚氨酯橡胶、环氧树脂、聚酚氧。	
三氯甲烷	聚丙烯酸酯类、聚苯乙烯、ABS 塑料、醇酸树脂、聚乙烯醇缩醛类、聚乙烯醚类、聚脂、聚碳酸酯、氯丁橡胶。	聚氯乙烯
乙酸乙酯	环氧树脂、醇酸树脂、ABS 塑料、乙基纤维素、硝化纤维素、聚丙烯酸酯类、聚苯乙烯、聚乙烯醇缩醛类、氯化聚氯乙烯、氯丁橡胶、丁腈橡胶。	

溶剂	能溶解的聚合物	不溶解的聚合物
乙醇	环氧树脂、酚醛树脂、醇酸树脂、乙基纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚乙烯醇缩丁醛。	聚酰胺、聚丙烯酰胺、聚丁二烯、聚丙烯腈、聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚碳酸酯、聚甲醛、聚酯、ABS 塑料、聚亚胺酯、聚乙烯醇、聚氯乙烯、聚偏氯乙烯、氯乙烯、天然橡胶、苯基纤维素。
乙醚	邻苯二甲酸酯类、聚丙烯酸乙酯、聚乙烯丁醚、聚乙烯醇缩丁醛	聚亚胺酯、聚乙烯醇。
甲醇	酚醛树脂、乙基纤维素、聚甲基丙烯酸酯。	聚乙烯醇缩醛类。
四氢呋喃	聚氯乙烯、聚丙烯酸酯类、聚乙烯醇缩醛类、氯化聚氯乙烯、聚偏氯乙烯、氯乙烯与偏氯乙烯共聚物、氯乙烯与醋酸乙烯酯共聚物、聚苯乙烯、氯化橡胶、聚异丁烯、丁苯橡胶、丁基橡胶、乙丙橡胶	
甲酸	聚酰胺类、聚亚胺酯、聚酰亚胺、三氯氰胺、醋酸纤维素、聚乙烯醇甲醚、三醋酸纤维素。	聚苯并咪唑。
乙酸	醋酸纤维素、乙基纤维素、聚乙烯醇缩甲醚。	
二甲基甲酰胺	聚酯型聚氨酯橡胶、聚丙烯腈、聚碳酸酯、聚亚胺酯、聚氯乙烯、聚甲醛(热)、聚乙烯醇、聚乙烯醇、聚乙烯醇、聚乙烯醇缩甲醚、尼龙-11、聚芳砜。	过氯乙烯树脂
环己酮	聚乙烯醇缩醛类、聚氯乙烯、氯乙烯与偏氯乙烯共聚物、氯乙烯与乙酸乙烯酯共聚物。	聚碳 酯
四氯化碳	乙丙橡胶、氯化橡胶、丁基橡胶丁苯橡胶、天然橡胶。	橡胶盐酸盐、聚乙烯吡唑。
苯	聚异丁烯、聚丁二烯、聚异戊二烯、天然橡胶、丁苯橡胶、丁基橡胶、丁钠橡胶、氯丁橡胶、顺丁橡胶、氯醇橡胶、氯磺化聚乙烯、聚硫橡胶、硅橡胶、聚苯乙烯、氯化聚氯乙烯、聚乙烯醚类、聚乙烯醇缩醛类、聚丙烯酸酯类、乙酸乙烯酯、聚脂。	环氧树脂、醇酸树脂、纤维素醚、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚酯、聚乙烯醇、聚氯乙烯、聚偏氯乙烯、乙酸乙烯酯与氯乙烯共聚物。
甲苯	聚乙烯(热)、聚丙烯(热)、聚苯乙烯、聚三氟氯乙烯(热)、聚乙酸乙烯酯、聚丙烯酸酯类、聚乙烯醇缩醛类、丁基橡胶、丁苯橡胶、天然橡胶、聚硫橡胶、硅橡胶。	
二甲苯	聚乙烯(热)、聚丙烯(热)、聚三氟氯乙烯(热)聚甲基丙烯酸酯类、天然橡胶丁苯橡胶、聚异戊二烯橡胶、硅橡胶。	
水	二氨基胺、甲基纤维素、聚丙烯酰胺、聚乙二醇、聚乙烯醇、聚丙烯酸、聚甲基丙烯酸、聚乙烯醇缩醛类。	