

衰减全反射红外光谱法低沸点液体样品池的设计及应用

郑永丽

(上海交通大学化学化工学院, 上海 200240)

摘要: 利用硅胶材料的稳定性高、耐溶剂性强、易清洁以及可加工性能, 设计了一款全反射红外光谱法低沸点液体硅胶样品池。考察了不同极性溶剂下硅胶池的稳定性能, 探讨了硅胶池对不同溶剂的防挥发和防渗漏性能, 并将硅胶池用于水-乙醇混合体系分子间氢键的红外表征。研究发现, 该硅胶池对大多数溶剂具有较高的稳定性、防挥发及防渗漏性能, 特别适用于含有低沸点组分混合溶液的红外光谱表征。同时, 利用该硅胶池还可实现无水无氧环境的红外光谱测试, 有望在锂离子电解液红外光谱表征中得到广泛应用。

关键词: 全反射红外光谱; 低沸点液体; 锂离子电解液; 硅胶池

中图分类号: O657.33

文献标识码:

Design and application of sample cell for low boiling point liquid in attenuated total reflection infrared spectroscopy

Zheng Yongli

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: Considering the high stability, solvent resistance, easy cleaning and processability of silica material, a silica sample cell for low boiling point liquid in total reflection infrared spectroscopy measurement was designed. The stability, anti-volatilization and anti-leakage properties of the sample cell under different solvents were discussed, and the silica cell was used for the infrared characterization of intermolecular hydrogen bonds in the water-ethanol mixing system. It is found that the silica cell shows high stability, anti-volatilization and anti-leakage properties for most solvents, and is especially suitable for infrared spectrum characterization of low boiling-point mixed solutions. Meanwhile, the infrared spectrum test of anhydrous and oxygen-free environment can be realized by using the silica cell, which is expected to be widely used in the infrared spectrum characterization of lithium-ion battery electrolyte.

Keywords: attenuated total reflection infrared spectroscopy; low boiling point liquid; lithium-ion electrolyte; silica cell

衰减全反射红外光谱法, 又称 ATR-FTIR 法, 可用于样品表面及深度方向的红外光谱测定^[1-4]。此法用于测定不易溶解、熔化、难于粉碎的弹性或粘性样品, 如涂料、橡胶、合成革、聚氨酯甲酸乙酯等表面及其涂层具有较为明显的优势^[5-7]。由于测试制样简单, 速度快, 也常常用于液体样品的测试^[8-11]。对于高沸点液体, 可以将样品直接滴加到 ATR 附件样品台上测试。但是对于低沸点液体, 如果直接滴加到 ATR 附件样品台上, 液体的较强挥发性不仅影响测试结果的准确性, 还会导致环境的污染, 对人体造成伤害^[12-14]。

目前, 红外 ATR 附件购买时通常没有配备液体样品池, 使得低沸点液体的样品测试比较困难, 特别是混合样品中含有低沸点组分时, 测试得到的谱图不能真实反映样品组分信息, 给实验带来较大误差。为此, 我们设计一款 ATR-FTIR 液体硅胶样品池, 考察了硅胶池对常用有机溶剂的耐用、防渗漏及防挥发性能, 同时还将该硅胶池用于乙醇-水体系分子间氢键作用的研究及电解液无水无氧红外光谱的测试。

1 实验

1.1 仪器与试剂

乙醇、乙腈 (CH_3CN)、二甲基亚砷 (DMSO)、氯仿 (CHCl_3)、丙酮、N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 以及四氢呋喃 (THF), 光谱纯, 分子筛干燥后使用。罗丹明 6G, 99%, 荧光分析专用, Acros Organics; 锂离子电解液, 六氟磷酸锂 (lipf6) 溶解在体积比为 3:7 的碳酸乙酯 (EC)/碳酸二甲酯 (DMC) 中, 与 10% 的氟代碳酸乙酯 (FEC) 混合, 学生提供。超纯水, 实验室自制。

傅立叶红外变化光谱仪 (Spectrum 100, 珀金埃尔默公司, 美国), 分辨率 4cm^{-1} , 扫描范围 $400\sim 4000\text{cm}^{-1}$ 。硅胶样品池 (简称硅胶池), 自主设计。

1.2 硅胶池的设计及加工

ATR 附件主要包括光路、样品台及压杆三个部分, 样品台是一个圆形不锈钢板, 钢板中心为一全反射光源检测点, 如图 1。压杆的作用是使样品和检测点贴合更加紧密, 增强检测信号。在测试时, 我们将液体样品滴加到检测点上。低沸点样品由于挥发比较快, 无法得到满足要求的光谱图。为此, 我们提出如图 2 所示的硅胶池设计图。