

红外制样和测试方法总结

丰荣娟¹

(1.中国科学院大学化学研究所分析测试中心, 北京 100190)

摘要: 针对不同的红外样品类型和实验条件选择不同的制样方法和测试方法, 是取得高质量红外谱图的关键。KBr 压片法仍是目前应用最广泛的制样方法, 适用于可以研细的样品, 不适用于不稳定的化合物、与 KBr 发生反应的样品。薄膜法用于测定浓度较低的一些溶液, 根据溶剂的特性和测试范围选择合适的红外窗片作为基底, 将溶液均匀涂抹于基底上待溶剂挥发进行测试。主机 ATR 克服了传统透射法的不足, 部分替代压片和液体透射池, 可用于大部分凝聚态样品检测。显微红外光谱系统是以固体的微小样品或者大样品上的微小区域为分析任务, 以红外分析为核心内容。

关键词: 压片法; 薄膜法; ATR; 显微红外

中图分类号: O657.39

文献标识码:

现代红外光谱分析技术被广泛用于无机化合物和有机化合物的结构单元解析。在目前的红外光谱制样技术中, 关键是针对不同的样品类型和实验条件进行不同的制样方法和测试方法。选择适合的制样方法和测试方法, 要结合实际, 从影响谱图质量的因素、样品的要求、样品的预处理等方面进行对比。对不同的样品采用不同的制样方式和测试方法是现代红外光谱研究中取得正确、可靠信息的关键, 要注意到化合物红外谱图中的特征谱带频率、强度和吸收峰形状因制样方法的不同而可能带来的变化。因此, 选用合适的制样方法和测试方法, 要从被测样品和实验目的两个方面考虑。

1 压片法

KBr 压片法被广泛用于红外定性分析和结构分析, 可以得到非常理想的高信噪比谱图, 使用非常普遍。取 1-2 mg 试样与 100-200 mg 溴化钾粉末充分混合并研磨, 直到混合物的颗粒尺寸小于 2.5 μm (混合物颗粒对红外光产生散射, 使谱图基线发生漂移。为了降低散射现象, 应使样品粒子直径小于入射光的最小波长, 也就是中红外区的 2.5 μm), 极性较强的样品可适当减少用量。将研磨好的混合物均匀地放入模具的顶模和底模中间的黑色垫片中, 小心放入柱塞, 将样品压平, 并轻轻向一个方向转动几圈, 使粉末分布均匀。然后将模具放入油压机中, 在合适的压力下得到透明或者均匀半透明且厚薄均匀的压片, 最后将压好的圆

片放入样品仓进行测试。此法适用于可以研细的样品，但对于不稳定的化合物，如发生分解、异构化、升华等变化的化合物不宜使用压片法。其次，和稀释剂研磨会发生吸湿、离子交换、置换、络合反应等固相反应的样品也不能使用压片法，会使吸收峰特征谱带引起变化。另外，压片需要施加较大压力，造成样品的晶型发生变化，测得的红外谱图也不可用。压片法制样复杂、干扰因素多：（1）样品与溴化钾混合研磨过程易吸收空气中水分，对含 N-H 和 O-H 基团的样品分析会造成干扰。（2）样品浓度和测试厚度要适当，太稀或者太薄时，一些弱峰可能不出现；太浓或太厚时，可能会出现平头峰而无法确定峰位置。（3）样品颜色太深时，样片透光性差，吸收峰强度很弱。一般来说，谱图中最大吸收峰在 10% T 左右，基线在 80% T 左右，且基线保持平直，没有杂峰的干扰，这样的谱图就是好图。

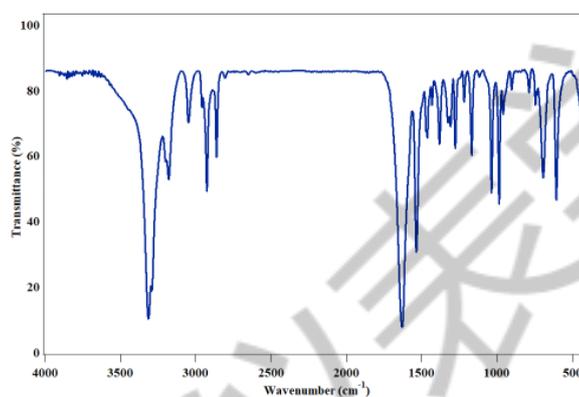


图 1 质量较好的红外谱图

2 薄膜法

薄膜法是将固体样品溶解在合适的溶剂中，用移液枪滴在相应的窗片上，待溶剂完全挥发生成一层只有样品的均匀薄膜（厚度要求在 10-30 μm 之间）后，将带有样品薄膜的窗片放入红外光谱仪中，采用透射模式进行扫描。根据实验所需的透光范围、溶剂性质选择合适的窗片种类，水之外的溶剂最常用的是 KBr、NaCl 盐片，如果样品是水溶液则可选用 CaF_2 、 BaF_2 、KRS-5 等水不溶性窗片，但是上述窗片只能透 1000 cm^{-1} 以上的红外光。如果溶剂为水的样品其测试范围需要覆盖整个中红外区域，可以选择双面抛光的单晶硅晶体（红外光透过率为 CaF_2 窗片的 60% 左右，信号会相对比较弱）作为基底进行测试。在成膜技术中最严重的两个问题是薄膜厚度不均匀和溶剂残留。薄膜的厚度不均将导致谱图的非线性。而在薄膜技术中应该时刻注意溶剂残留的问题，如果结果显示有溶剂残留，有时可通过继续加热去除溶剂。