

苏州未知物能谱分析 红外光谱分析检测

产品名称	苏州未知物能谱分析 红外光谱分析检测
公司名称	浙江广分检测技术有限公司
价格	.00/个
规格参数	
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	18662248593 18662248593

产品详情

配方分析技术是配方研究中*重要的模块之一，掌握了娴熟的配方分析技术，可以为企业提供便捷、高效、经济的产品研发路径，能加快产品上市时间、了解竞争对手优势、储备产品技术实力等。

很多企业和个人，都期望通过配方分析技术研发或升级新产品，但极少人了解整个配方分析的过程和如何得到有用的配方及成分配比。

本文通过一个实际案例，为有配方需求的研发人员提供一个详细操作步骤，希望借此能帮助到大家更全面认识配方分析技术。

一、样品信息

未知物为白色，具有芳香气味的黏稠状液体。综合运用傅里叶红外光谱法、溶解试验、x射线衍射法、气相色谱法、离子化—飞行时间质谱多种分析手段，进行未知物的组成分析。

二、分析设备和试剂准备

2.1 傅里叶红外光谱试验

傅里叶红外光谱的测试采用Perkin Elmer—Frontier中红外光谱仪进行测试，测试采用ATR(衰减全反射的模式)进行测试，分辨率为4个波数，扫描范围在400 ~ 4000 cm^{-1} 。

2.2 溶解试验

选取了水、甲醇、乙醇、、二甲基亚砷等常见溶剂进行溶解试验。

2.3 能谱试验

采用了Oxford IE350能谱仪对未知物的不同区域进行能谱分析，加速电压为20 kV。

2.4 XRD试验

采用DMAX—RB型x射线衍射分析仪进行测试，测试参数为：铜靶Ka射线，石墨单色器滤波，特征波长 $\lambda = 1.5406 \text{ nm}$ ，电压60 kV，电流100 mA，扫描步长0.02，衍射 $2\theta < 142^\circ$ 。

2.5 气相色谱—质谱联用试验

采用安捷伦公司生产的7890A-5975C气相质谱联用仪进行分析，程序由室温升至50℃，保持2 min，在20℃/min的升温速率下升至280℃，并保持5min，气化室温度设定为300摄氏度，检测器温度设定为300摄氏度。

2.6 离子化—飞行时间质谱试验

采用ABI 4800plus MALDI-TOF，选用MS reflector方法模式，样品溶液与DHB基质溶液以1:1(体积比)混合，0.5 μL 混合溶液沉积在MALDI质谱的靶上，自然干燥，置于质谱仪器的离子源中进行质谱分析。每个质谱图为30次激光脉冲扫描累加图。

三、分析结果与讨论

3.1 傅里叶红外光谱分析

图1为未知物红外光谱图，结合谱图中特征峰和指纹区的吸收峰分布情况，此未知物红外光谱测试结果分析如下：样品在3443、2956、2929、2874 cm^{-1} 波数吸收很强，表明此物质中含有一CH₂，—CH₃，—CH₂—，—CH₂—基团。样品在1729 cm^{-1} 波数有较强吸收峰，表明此物质中可能含有内酯C=O或—O—或聚合含有氧元素。样品在1600 cm^{-1} 出现吸收，表明试样中可能含有Si—O键，样品在1600 cm^{-1} 波数有弱的C=C的吸收峰。

3.2 溶解实验分析

根据光谱解析结果，分别选取了水、甲醇、乙醇、、二甲基亚砷等溶剂，进行未知物在不同溶剂下的溶解试验。表1为未知物在不同溶剂

中的溶解情况，试验结果表明该物质在水中呈现半透明、较均一的溶液，说明其在水中的溶解性和分散性较好。

3.3 能谱分析

为了进一步判断未知物中各成分的组成，选择未知物的不同区域进行能谱试验。图2为未知物的能谱图，结果表明未知物表面出现较大面积小分子团聚

现象，图3为能谱分析得到的元素谱图，表3为未知物的能谱成分分析结果，结合两者数据可以看出未知物谱图1的区域中含有一定比例的C、O、Na、Mg、Al、Si等元素，未知物中添加了一定量的SiO₂或者TiO₂颗粒，这些无机小分子粒子在未知物表面出现了一定程度的团聚现象。

3.4 XRD分析

图4为未知物的XRD谱图，根据晶面数据和衍射峰的强度，并结合XRD谱图数据库，可以判断出未知物中含有CaCO₃、TiO₂、MgCO₃、Na₂Si₂O₅化合物，其晶面参数见表3，结合能谱分析数据可以判断该未知物

中团聚的颗粒为TiO₂。

3.5 气质联用实验结果

根据气相色谱—质谱测试结果，图5—图7分别为卜丁醇、甲醇和水气相色谱—质谱图，可以明显看到水、1—丁醇(C₄H₁₀O)、甲醇(CH₄O)的吸收峰，结合前面红外光谱图，由此可以断定未知物中包含卜丁醇、甲基丙烯酸甲酯、甲醇和水。

3.6 离子化—飞行时间质谱分析

根据以上未知物的试验数据中的官能团、化学键分析、色谱图谱，以2,5—二羟基苯(DHB)为电离酸，进行了未知物的离子化—飞行时间质谱试验，见图8。DHB辅助基质对未知物的电离效果较好，剔除溶剂产生相关的干扰峰后，在分子量为272.9842位置出现过钾(K₂S₂O₈)的离子化产物。