

苏州市生物炭制品远红外波长范围和法向发射率检测

产品名称	苏州市生物炭制品远红外波长范围和法向发射率检测
公司名称	江苏广分检测技术有限责任公司
价格	.00/件
规格参数	优势:周期短、费用低 效率:高标准、高效率 服务内容:一站式检测分析测试服务
公司地址	苏州市吴中区胥口镇孙武路76号303广分检测
联系电话	18912706073 18912706073

产品详情

生物炭制品远红外波长范围和法向发射率检测

红外光谱分析在科研、生产中是一种重要的分析手段。样品制备是红外光谱分析的重要环节。为了得到一张高质量的红外光谱图,除了仪器性能外,很大程度上取决于选择合适的样品制备方法以及熟练的操作技术。本文就红外光谱样品制备中常出现的问题进行分析,供广大红外光谱工作者参考。

一般来说,样品制备应注意以下几点:

(1) 样品浓度和测试厚度要选择适当。过低浓度和过薄的样品会使某些峰消失，得不到完整谱图，相反，会使某些强吸收峰超过表尺刻度，出现齐头峰，而无法确定它的真实峰位。一张好的红外谱图应使吸收峰的透过率大都处于20%-60%范围内。

(2) 样品中不应含有游离水。水的存在不但干扰试样的吸收状况，还会腐蚀盐窗。

(3) 多组分试样应尽量预先进行组分的分离。否则各组分光谱互相重叠，致使谱图无法解析。

气体样品

气体样品一般用气体吸收池进行测试。先将气体池抽真空，利用负压将气体试样吸入池内。吸收峰的强度可以通过调整气体池内样品压力来改变。气体分子的密度比液体、固体小得多，因此气体样品要求有较大的样品光程长度。

常规气体吸收池厚度为10cm。如果被分析的气体组分浓度很小，可利用多次反射气体池。

利用气体池内反射镜使红外光在气体池中多次反射,光程长度可提高到10m、20m 或50m。

在进行气体测定时应注意以下几点：

(1) 气体样品要干燥,因水蒸气在中红外区有大量吸收峰。进样前须先进行干燥处理。

(2) 测定完毕要清洗气体池,即用干燥空气流洗涤气体池及入口管道。

(3) 若使用多次反射气体池,好对样品进行纯化。因多次反射后背景吸收十分明显,而且杂质气体对光谱的干扰亦增加。

(4) 定量分析时应该使气体池内总压相等,因峰强不仅与分压有关,也与总压有关。故必要时,可补充灌注不活泼无吸收气体,如氮气或氢气,使总压相等。

固体样品

不同固体样品有不同制样方法。

1. 压片法

压片法是固体样品红外光谱分析常用的制样方法,凡易于粉碎的固体试样都可以采用此法。

样品的用量随模具容量大小而异,样品与KBr的混合比例一般为0.5-2:100。压片时先将固体试样置于玛瑙研钵中研细,然后加KBr粉末,研磨混合均匀后移入压片模具,抽真空,加压几分钟。混合物在压力下形成一透明小圆片,便可进行测试。

压片过程中常会出现二些不正常现象,其原因和解决办法如下:

(1) 整个片子不透明。压力不够及分散不好所致。可重新研磨或压制,使其分散均匀,并加大压力,但不要超载。

(2) 刚压好时片子很透明,一分钟或更长一段时间后出现不规则云雾状浑浊。抽真空不够所致。检查真空度

并延长抽真空时间可消除此现象。

(3) 片子中心出现云雾状。砧座或压舌面不平整所致。应调换或重新抛光。

(4) 片子出现许多白色斑点,其余部分清晰透明。研磨不均,含有少量粗粒所致。应重新研磨。

(5) 片子中有不规则块状物或全部呈云雾状浑浊。样品或KBr受潮所致。可干燥或延长抽真空时间。

(6) 透过片子看远距离物体,透光性差,有光散射。KBr不纯所致,所用的KBr中至少混有5%

以上碱金属卤化物。应选用纯KBr。

另外,在采用压片法时,还应注意以下几点:

(1) KBr吸湿性较强。即使操作条件很严格,如在红外干燥器中进行样品的研磨工作,红外光谱中仍然不可避免地有游离水的红外吸收峰出现。为消除游离水的干扰,可在相同条件下制备一个KBr空白片(不加样品),作为补偿片。

(2) 碱金属卤化物会和样品发生离子交换,产生响应的杂质吸收峰。

(3) 由于有碱金属卤化物吸湿性干扰,所以在解析O-N、N-H键的伸缩振动吸收峰,以及C=C、C=N伸缩振动吸收峰时须小心。为避免这种干扰,

有时也可将样品和聚乙烯粉末或石蜡混合后压成薄片来测定。

(4) 样品在压片过程中会发生物理变化(如多晶转换现象)或化学变化(部分分解),使谱图面貌出现差异。因此对于某些无机化合物、糖、固态有机酸、固态酚、胺、亚胺、胺盐、酰胺等物质,用KBr压片来制备样品就不一定合适。

2. 粉末法

粉末法通常是把固体样品放在玛瑙研钵中研细至2微米左右。然后把粉末悬浮在易挥发的液体中,把悬浮液移至盐窗上并赶走溶剂即形成一均匀的薄层,再进行扫描。

粉末法常出现的问题是粒子散射,即红外光照射到样品颗粒上,入射光发生散射。这种杂乱无章的散射

降低了样品光束到达检测器上的能量，使谱图基线升高。散射现象在短波区尤为严重，甚至无吸收峰出现。为了降低散射现象，通常应使样品粒子直径小于入射光的波长。由于中红外区是从2微米开始，所以样品研磨到2微米大小是必要的。

3. 薄膜法

选择适当溶剂溶解试样，将试样溶液倒在玻璃片上或KBr窗片上，待溶剂挥发后生成一均匀薄膜即可测试。薄膜厚度一般控制在0.001-0.01 mm。

薄膜法要求溶剂对试样溶解度好，挥发性适当。若溶剂难挥发则不易从试样膜中去除干净，若挥发性太大，则会使试样在成膜过程中变得不透明。

4. 糊剂法

对于无适当溶剂又不能成膜的固体样品可采用此法。

将2-5mg试样研磨成粉末(颗粒<

20微米), 加一滴液体分散剂, 研成糊状, 类似牙膏, 然后将其均匀涂于KBr 盐片上。

常用液体分散介质有液体石蜡、氟油和六氯丁二烯三种。由于液体分散介质在 4000-400 cm^{-1} 光谱范围内有吸收, 所以采用此法应注意到分散介质的干扰。其次, 此法虽然简单迅速, 能适用于大多数固体试样, 但是由于分散介质的干扰, 尤其是试样和分散介质折光系数相差很大或试样颗粒不够细时, 会严重影响光谱质量, 因此不适于用作定量分析。

液体样品

液体样品分为纯液体和溶液两种。一般尽量不用溶液, 以免带入溶剂的吸收干扰。只有试样的吸收很强, 液膜法无法制成很薄的吸收层, 或为了要避免试样分子间相互缔合的影响, 才采用溶液法测试。

选用溶液测试时, 常用的溶剂为二硫化碳、二氯甲烷、丙酮等。溶剂的选择必须注意以下两点:

(1) 常温下对试样有足够溶解度, 对试样应为化学惰性。否则试样的吸收带位置和强度均会受到影响。

(2) 在试样的主要吸收带区域内该溶剂无吸收, 或仅有弱吸收, 或吸收能被补偿。

各种溶剂本身在红外区域内或多或少有吸收，所以要得到一张光谱较宽的试样溶液光谱图，必须选用两种或两种以上溶剂分段联用。

配制溶液浓度一般在3%-5%。根据不同用途和试样量的多少，选用不同类型的液体试样池。在定量分析时，液体试样池的厚度必须进行校正。常用的校正方法有两种：干涉条纹法和光密度比较法。