



环境催化与过程分离研究中心



实验室仪器使用培训-红外光谱仪

汇报人：贾伟

时 间：2018-3-16



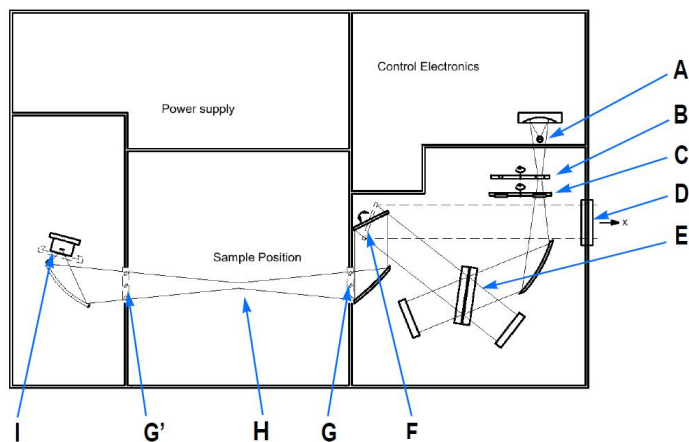
环境催化与过程分离研究中心

目录

- 1 傅里叶变换红外光谱仪简介
- 2 仪器使用及注意事项
- 3 使用实例



红外光谱仪的简单介绍

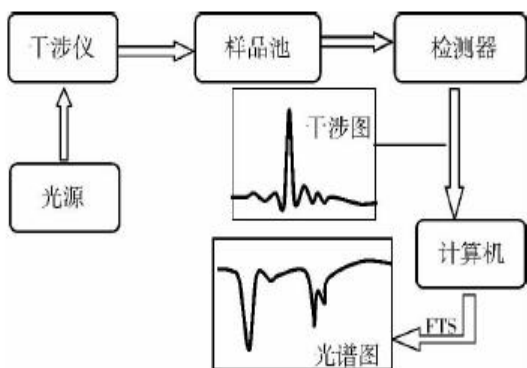


红外光谱仪的基本结构

组件	组件	组件	组件
A	红外光源	F	可切换镜子
B	光阑转轮	G	样品腔窗口
C	滤波片轮 (IVU)	G'	选配窗口
D	光路出口	H	样品架
E	分束器	I	探测器



红外光谱仪工作原理



当样品受到**频率连续变化的红外光**照射时，分子吸收了某些特定频率的辐射，并由其振动或转动运动引起**偶极矩的变化**，产生**分子振动和转动能级从基态到激发态的跃迁**，使相应于这些**吸收区域的透射光强度减弱**。记录红外光的百分透射比与波数或波长关系曲线，就得到红外光谱。



光源

X-Rays	UV	Visible	Near IR	IR	Far IR	Micro waves
	200	400	800	2.500	25.000	2×10^5
	50.000	25.000	12.500	4.800	400	10

红外线：波长在0.76~500 μm (1000 μm) 范围内的电磁波

近红外区 (NIR) :0.76~2.5 μm (760~ 2500nm) -OH和-NH倍频吸收区

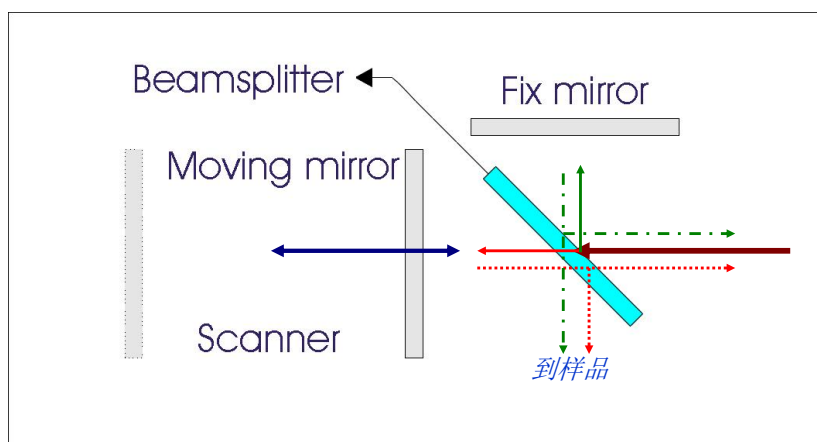
中红外区 (MIR) :2.5~25 μm (4000~ 400 cm^{-1}) 振动、伴随转动光谱

远红外区 (FIR) :25~500 μm 纯转动光谱

紫外-可见 (UV-VIS) :190 ~900nm 电子光谱



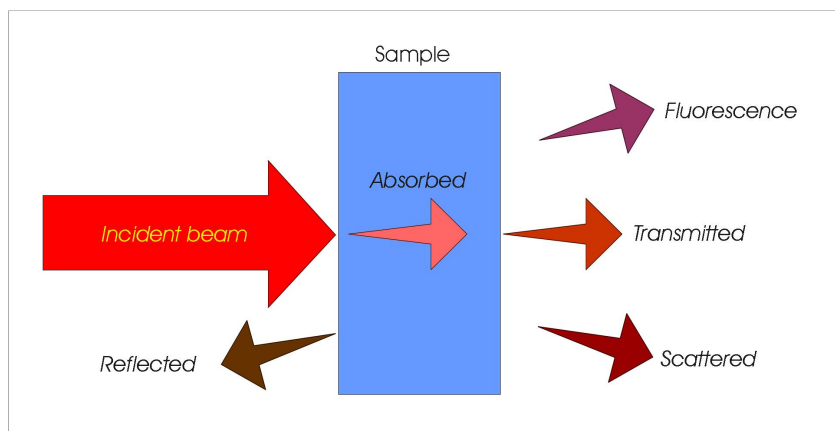
干涉仪



干涉仪是红外光谱仪的心脏部件



样品



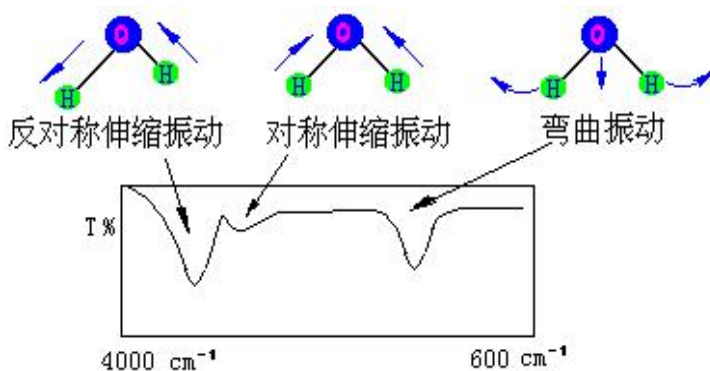
当一束红外光照射在物质样品上，可能会发生：吸收、透过、反射、散射或者激发荧光（拉曼效应）。



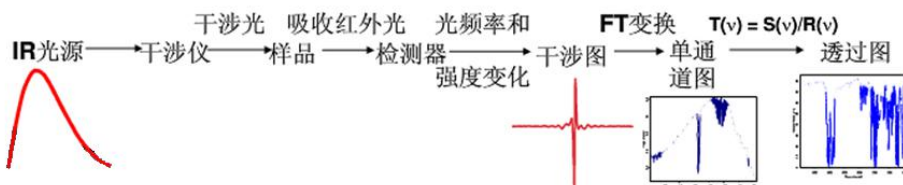
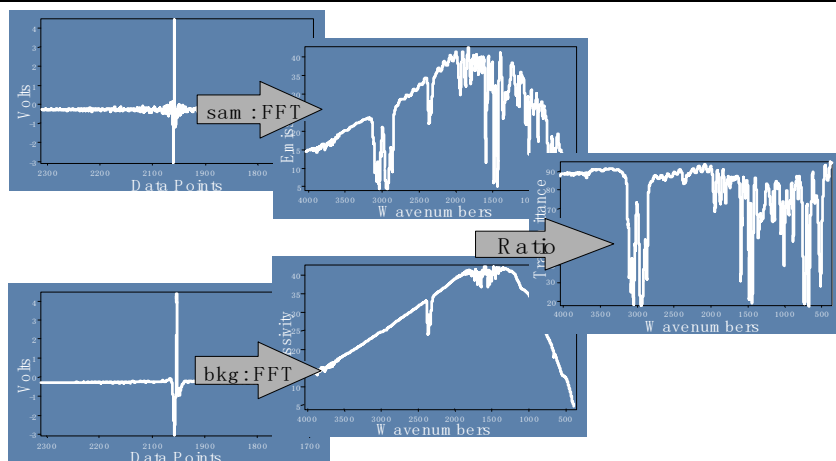
样品

红外光谱产生的条件：

- (1) 辐射应具有能满足物质产生振动跃迁所需的能量；
- (2) 辐射与物质间有相互偶合作用。



检测器





测试过程



干燥



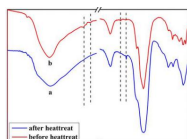
KBr 120°C以上干燥2h
1-2:200



均匀, 铺平



压力适中



对测试样品的要求

红外光谱的试样可以是液体、固体或气体，一般应要求：

- (1) 单一组份的纯物质，纯度应>98%
- (2) 试样应当干燥。水本身有红外吸收，会严重干扰样品谱，而且会侵蚀吸收池的盐窗。
- (3) 试样的浓度和测试厚度应选择适当，以使光谱图中的大多数吸收峰的透射比处于10%~80%范围内。

液体制样：对沸点较高的液体测试，可以将液体滴在KBr压片上，或者将液体滴在两个盐片之间。对易溶于有机挥发溶剂的高聚物来说，可以将试样溶解在溶剂中，涂在盐片上，待溶剂挥发后进行测试。

压片不当造成的问题：

若压片厚度不均匀，不透明或者研磨不充分，会造成基线倾斜，峰形变形和发生偏移，造成误差。



仪器维护

- 1、红外光谱仪开机30min后就可以开始测样，为了延长仪器的使用寿命，不使用时请关机！
- 2、干涉仪仓的湿度对仪器的使用影响很大，所以**定期更换仓内的干燥剂**。
- 3、定期更换样品仓内的干燥剂。
- 4、每周尽可能开机几次，赶走仪器各部件的湿气。
- 5、小心将失效干燥管从仪器中取出，打开失效干燥管密封盖，将干燥剂（分子筛，白色）倒出。
- 6、**将倒出的干燥剂放入适当的容器，在干燥烘箱于150°C下再生不低于24小时；（切勿连同干燥管一起加热！）**
- 7、在干燥气氛中冷却至50°C以下，才能将干燥剂重新装入干燥管中，盖好密封盖。（切勿将高温干燥剂立即放入，否则会损坏红外光谱仪！）



红外光谱的应用

1、官能团的定性分析

各种官能团的IR光谱特征频率表，但是利用这些特征频率表来解析IR光谱，判断官能团存在与否，在很大程度上还要靠经验。

2、有机化合物结构分析

从待测化合物的红外光谱特征吸收频率（波数），初步判断属何类化合物，然后查找该类化合物的标准红外谱图进行对比。

由IR光谱可判断官能团、分子骨架，具有相同化学组成的不同异构体，它们的IR光谱有一定的差异，因此可利用IR光谱识别各种异构体。



特征区		指纹区
X-H(X可为O,H,C,S) 伸缩振动区	-C≡C -C≡N -C=C=C -C=C=O	C=O C=C 苯的衍生物
4000 cm ⁻¹	2500 cm ⁻¹	1300 cm ⁻¹ 600 cm ⁻¹
		C-O、C-N、C-F、 C-P、C-S、P-O、 Si-O、C=S、S=O 、P=O

特征区

区内的峰是由伸缩振动产生的吸收带，比较稀疏，容易辨认，常用于鉴定官能团（最有分析价值）。

指纹区

除单键的伸缩振动外，还有因变形振动产生的谱带。这种振动与整个分子的结构有关。当分子结构稍有不同时，该区的吸收就有细微的差异，并显示出分子特征。（作为化合物存在某种基团的旁证）



红外光谱图：纵坐标为透过率或者吸收率，横坐标为波长λ（μm）或波数（cm⁻¹）

例：Octane（辛烷）红外光谱图

