

## 红外吸收光谱法模块之

### 任务 5：液体样品的红外吸收光谱绘制与解析

#### 教学任务

- 用液膜法和液体池法制备二甲苯的红外液体试样，测定红外光谱，进行谱图解析。

#### 教学方法

- 讲练结合法

#### 学时

- 每 20 人一个学习组，整个任务需 4 学时。

#### 教学设计

- 提出任务→教师引导，学生学习红外固体试样的制备技术→教师示范→学生分组制备液体红外试样，操作红外光谱仪，测定红外谱图→谱图分析→补充思考题

#### 任务：如何测定液体样品的红外光谱？

- 液体池法或液膜法。（若液体沸点低 100 度，采用液体池法；若液体沸点高 100 度，采用液膜法）

#### 教师示范如何利用液膜法和液体池法制备红外试样。

- 液膜法
- 也可称之为夹片法。即在可拆池两侧之间，滴上 1~2 滴液体样品，使之形成一层薄薄的液膜。液膜厚度可借助于池架上的固紧螺丝作微小调节。该法操作简便，适用于对高沸点及不易清洗的样品进行定性分析。

#### □ 液体池法

- 如图所示，它是由后框架、垫片、后窗片、间隔片、前窗片和前框架 7 个部分组成。一般，后框架和前框架由金属材料制成；前窗片和后窗片为氯化钠、溴化钾、KRS-5 和 ZnSe 等晶体薄片；间隔片常由铝箔和聚四氟乙烯等材料制成，起着固定液体样品的作用，厚度为 0.01~2mm。

#### □ 液体池的装样和清洗方法

吸收池应倾斜 30°，用注射器（不

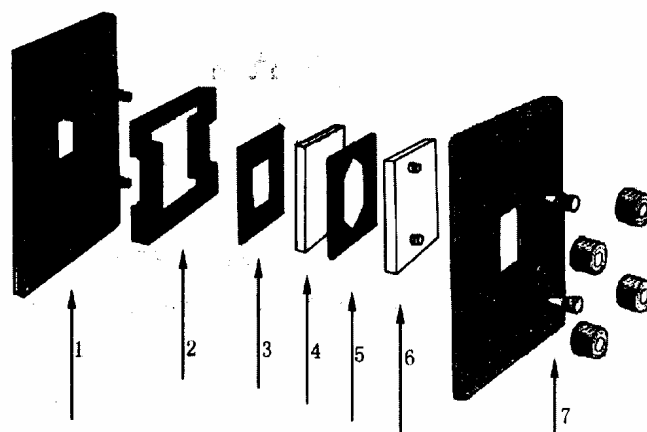


图 1 液体池组成的分解示意图

1—后框架；2—后窗片框架；3—垫片；4—后窗片；5—聚四氟乙烯隔片；6—前窗片；7—前框架

带针头)吸取待测的样品,由下孔注入直到上孔看到样品溢出为止,用聚四氟乙烯塞子塞住上、下注射孔,用高质量的纸巾擦去溢出的液体后,便可进行测试。测试完毕,取出塞子,用注射器吸出样品,由下孔注入溶剂,冲洗 2-3 次。冲洗后,用吸耳球吸取红外灯附近的干燥空气吹入液体池内以除去残留的溶剂,然后放在红外灯下烘烤至干,最后将液体池存放在干燥器中。

#### □ 溶液法(其他的方法)

□ 将溶液(或固体)样品溶于适当的红外用溶剂中,如  $\text{CS}_2$ 、 $\text{CCl}_4$ 、 $\text{CHCl}_3$  等,然后注入固体池中进行测定。

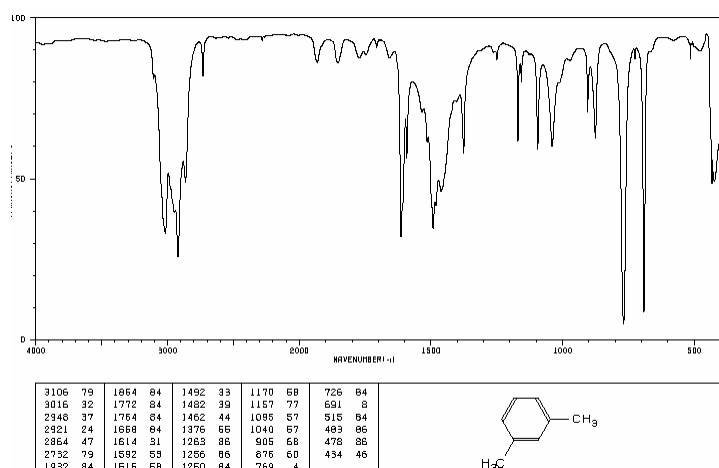
□ 在使用溶液法时,必须特别注意红外溶剂的选择,要求溶剂在较大范围内无吸收,样品的吸收带尽量不被溶剂吸收带所干扰,同时还要考虑溶剂对样品吸收带的影响(如形成氢键等溶剂效应)。

### 学生依次采用液膜法制备试样

按次序操作仪器,分别测定几种二甲苯的的红外光谱

- 开机预热,打开工作站;
- 扣背景
- 扫样品
- 谱图的优化处理
- 将打印的图谱与邻二甲苯和对二甲苯等的标准图谱进行比对,初步判断未知物。

### 谱图解析



根据  $2880\text{cm}^{-1}$  和  $2960\text{cm}^{-1}$  附近是否存在对称和非对称伸缩振动峰,判断甲基的存在。

根据  $1650\text{-}1900\text{cm}^{-1}$  区域苯环结构的吸收面貌,  $700\text{-}800\text{cm}^{-1}$  范围的 C-H 面外弯曲振动形式对应的吸收频率,判断二甲苯属于邻位、间位还是对位。

同时,将样品的红外谱图与查阅的标准图谱,进行比对,也可以得出相关结论。

### 下次课程问题:

- 安全性食品包装塑料薄膜制品的辨别与分析?