
Nicolet 系列傅立叶变换红外光谱仪操作指导

本操作指导根据傅立叶变换红外光谱方法通则（JY/T 001—1996）制定。

1. 适用范围

本操作指导适用于 Nicolet 系列的傅立叶变换红外光谱仪，如 Nicolet iS10, Nicolet X700, Nicolet IR 系列仪器。本方法适用于液体、固体、气体、金属材料表面镀膜等各种形式的样品，通过检测样品的红外光谱得到样品的分子结构特征。

2. 术语、符号、代号

见国标

3. 方法原理

红外光谱是根据物质吸收辐射能量后引起分子振动的能级跃迁，记录跃迁过程而获得该分子的红外吸收光谱。

4. 常用试剂及材料

红外窗片：溴化钾、氯化钠、氟化钡、氟化钙等等

5. 分析步骤

5.1 检测仪器

仪器名称： Nicolet 系列傅立叶变换红外光谱仪

型 号： Nicolet iS10、Nicolet X700, Nicolet IR 系列等均适用

光谱范围： 中红外范围 $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$

检 测 器： DTGS

分 束 器： 多层镀膜溴化钾

光 源： EverGlo 光源

5. 2 仪器环境要求

室内温度：18℃ ~ 25℃

相对湿度：≤ 60%

5. 3 仪器条件

仪器供电电压：220V±10%，频率 50Hz±10%

5. 4 试样制备方法

5. 4. 1 一般注意事项

在定性分析中，所制备的样品最好使最强的吸收峰透过率为 10%左右。

5. 4. 2 固体样品

5. 4. 2. 1 压片法

取 1 ~ 2mg 的样品在玛瑙研钵中研磨成细粉末与干燥的溴化钾 (A. R. 级) 粉末 (约 100mg, 粒度 200 目) 混合均匀, 装入模具内, 在压片机上压制成片测试。

5. 4. 2. 2 糊状法

在玛瑙研钵中, 将干燥的样品研磨成细粉末。然后滴入 1~2 滴液体石蜡混研成糊状, 涂于 KBr 或 NaCl 窗片上测试。

5. 4. 2. 3 溶液法

把样品溶解在适当的溶液中, 注入液体池内测试。所选择的溶剂应不腐蚀池窗, 在分析波数范围内没有吸收, 并对溶质不产生溶剂效应。一般使用 0.1mm 的液体池, 溶液浓度在 10%左右为宜。

5. 4. 3 液体样品

5. 4. 3. 1 液膜法

非水溶性的油状或粘稠液体, 直接涂于 KBr 窗片上测试。非水溶性的流动性大, 沸点低 (≤100℃) 的液体, 可夹在两块溴化钾窗片之间或直接注入厚度适当的液体池内测试。使用相应的溶剂清洗红外窗片。

5. 4. 3. 2 水溶液样品

可用有机溶剂萃取水中的有机物，然后将溶剂挥发干，所留下的液体涂于KBr窗片上测试；应特别注意含水的样品不能直接注入KBr或NaCl液体池内测试。水溶性的液体也可选择其他窗片进行测试，如BaF₂，CaF₂等。

5. 4. 4 气体样品

直接注入气体池内测试。

5. 4. 5 其它样品

对于一些特殊样品，如：金属表面镀膜，无机涂料板的漫反射率和反射率的测试等，则要采用特殊附件，如：镜反射，ATR，漫反射等附件。具体详见附件的使用说明书。

5. 5 样品测试

5. 5. 1 把制备好的样品放入样品架，然后插入仪器样品室的固定位置上

5. 5. 2 打开Omnicon软件，选择“采集”菜单下的“实验设置”选项

5. 5. 3 设置需要的采集次数，分辨率和背景采集模式后，点击“ok”

采集次数：采集次数越多，信噪比越好，通常情况下可选16次，如果样品的信号较弱，可适当增加采集次数；

分辨率：固体和液体通常选择4cm⁻¹，气体视情况而定，可选2cm⁻¹甚至更高的分辨率；

背景采集模式：建议选择第一项“每采一个样品前均采一个背景”或第二项“每采一个样品后采一个背景”。如果实验室环境控制的较好的话，可以选择第三项“一个背景反复使用__时间”。如果有指定的背景，也可选择第四项“选择指定的背景”。

5. 5. 4 背景采集模式为第一项，第二项和第四项时，直接选择“采集样品”开始采集数据，背景采集模式为第二项时，先选择“采集背景”，按软件提示操作后选择“采集样品”采集数据。

5. 5. 5 选择“文件”菜单下“另存为”，把谱图存到相应的文件夹；

5. 6 测试结果

5. 6. 1 定性分析

5. 6. 1. 1 基团定性

根据被测化合物的红外特性吸收谱带的出现来确定该基团的存在。

5. 6. 1. 2 化合物定性

(1) 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, 待测化合物的红外光谱与标准化合物的红外光谱一致, 即两者光谱吸收峰位置和相对强度基本一致时, 则可判定待测化合物是该化合物或近似的同系物。

(2) 同时测定在相同制样条件下的已知组成的纯化合物, 待测化合物的红外光谱

与该纯化合物的红外光谱相对照, 两者光谱完全一致, 则待测化合物是该已知化合物。

5. 6. 1. 3 未知化合物的结构鉴定

(1) 未知化合物是单一纯化合物时, 测定其红外光谱后, 按 5. 6. 1. 1 和 5. 6. 1. 2 进行定性分析, 然后与质谱, 核磁共振及紫外吸收光谱等共同分析确定该化合物的结构。未知化合物是混合物时, 通常需要先分离混合物, 然后对各组分进行准确的定性鉴定。

(2) 定量分析: 可采用 TQ Analyst 专业智能红外定量分析软件配合附件进行。

(3) 写出结果报告。

5. 7 停水停电的处置

在测试过程中发生停水停电时, 按操作规程顺序关掉仪器, 保留样品。待水电正常后, 重新测试。仪器发生故障时, 立即停止测试, 找维修人员进行检查。故障排除后, 恢复测试。