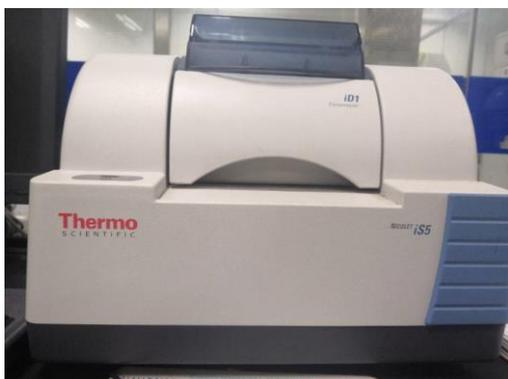


IS5 傅里叶变换红外光谱仪 (FTIR)

一、基本原理

红外光谱是分子的振动-转动光谱，在振动转动过程中，只有偶极矩发生变化的化合物才会在红外区有吸收。红外光谱中吸收峰所对应的波数及峰强，反映了分子结构的特点，因此可用傅里叶变换红外光谱对分子结构和化学基团进行鉴定。绝大多数的有机化合物都在红外光区具有吸收，而且结构不同的化合物，必然会有不同的红外光谱。

在样品制备方法中，溴化钾压片法和衰减全反射红外法最为常用。溴化钾压片法是以红外区透明且没有吸收的溴化钾为载体，将固体样品与溴化钾一起混合研磨成细粉，并压成薄片放入红外测试的样品槽进行投射测试。衰减全反射红外即 ATR 法，通过样品表面的反射信号获得表层有机成分的结构信息，常用的中红外辐射波长在 $2.5\text{-}25\ \mu\text{m}$ ($4000\text{-}400\ \text{cm}^{-1}$) 之间，根据麦克斯韦理论，ATR 法对样品表层的穿透深度仅为微米级甚至更小。



压片法的附件 iD1



ATR 法附件 iD3

二、操作规程

衰减全反射红外 (ATR) 法与 KBr 压片法使用不同的附件，安装附件后仪器自动识别，无需手动选择。使用 ATR 附件时，实验样品无需进行任何处理，将待测样品置于样品台并且压紧即可进行测试，仪器的使用方法及 KBr 压片法的样品制备方法如下：

1、样品制备方法（KBr 压片法）

- 1) 先将样品与 KBr 粉末置于烘箱中烘干；
- 2) 样品称取质量一般为 1-2mg，KBr 质量一般为 200mg；
- 3) 称取待测样品研磨均匀后加入 KBr 再次研磨均匀。研磨时应按同一方向均匀用力。
整个研磨过程应在红外等下操作，以保证粉末的干燥；
- 4) 使用压片机进行压片（详见红外模具的使用方法）；
- 5) 压片后取出压好的片放入样品槽中，模具应擦拭干净至于干燥器中存放，以免锈蚀影响再次使用。

2、仪器使用方法

- 1) 打开仪器以及计算机开关，使仪器预热 30 分钟；
- 2) 双击计算机桌面“OMNIC”图标，进入仪器测试界面；
- 3) 插入样品槽，点击“样品采集”，余下对话框均按“确定”；
- 4) 样品采集完成后出现对话框“请准备背景采集”，此时取出样品槽，点击“确定”进行背景采集。采集完成后出现对话框“加到窗口 X”，点击“是”；
- 5) 点击“数据处理”→“吸光度”→“自动基线校准”→“透过率”→“文件另存为”（SPA 格式为红外图谱，CSV 格式为 Excel 表格）→为保存路径为 DATA (F:) /OMNIC/Spectra/组内；
- 6) 确认数据保存无误后，关闭仪器及计算机开关，取出样品槽，整理实验桌面。

三、注意事项

1. 使用仪器时，室内温度 18-25℃，相对湿度≤60%，使用前请按照要求打开空调和除湿机以达到测试要求；
2. 为防止仪器受潮而影响使用寿命，红外实验室应经常保持干燥。即使仪器不用，也应每周开机至少两次，每次半天，同时开除湿机除湿。特别是霉雨季节，最好是能每天开除湿机；
3. 实验室内的 CO₂ 含量不能太高，因此实验室里的人数应尽量少，无关人员最好不要进入，还要注意适当通风换气；
4. 实验完毕，应立即将 KBr 粉末密封避免吸水，压片的模具和研钵依次用蒸馏水、乙醇清

洗。模具和 KBr 粉末放入干燥器中保存。

5. 更换附件时，轻拿轻放。ATR 附件的晶体为锗晶体，使用时注意不要磨损。

四、日常维护

1. 检查除湿机中的水槽是否已满，仪器常开的状况下，一般隔一天倒一次水，确保除湿机的正常运转。
2. 干燥器中的干燥剂，即硅胶颜色发生变化时（由蓝色变成红色），取出烘干后再使用。

五、异常情况应对

1. 3500-4000 cm^{-1} 气态水的峰波动大

- 1) 仪器房间的湿度过高：保持开机的状态下，倒去除湿机中的水，连续除水一段时间，直到水峰消失
- 2) 样品吸水：将样品置于烘箱或者红外灯下烘干后再进行测试。

2. 开机之后，湿度很难降到 60% 以下

取下仪器中的分子筛，置于 100℃ 以上的恒温烘箱中干燥 5h 左右，再次安装回仪器。

3. 其他原因导致仪器无法正常使用

检查操作步骤是否正确；重启。

六、仪器故障实例

无

七、维修维护

无

八、联系方式

曾可辉 微信：zengek

九、附录

红外模具使用方法

红外模具使用方法



1. 压圈 2. 上横 3. 顶杆 4. 压舌(2个) 5. 下横 6. 磁性样品台

1. 将上横放在压圈上面（注意：将上横有凹面的一面向上）



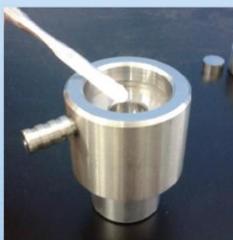
2. 放入顶杆（注意：顶杆上有圈的一面朝下）



3. 放入一个压舌（注意：光滑面朝上，即光滑面与样品接触，压舌光滑面不允许用刮刀等尖锐物体接触）



4. 加入适量样品，铺平



5. 放入另一个压舌（注意：光滑面朝下，即光滑面与样品接触）



6. 盖上上横（注意：盖平，压紧）



红外模具使用方法



1. 压圈 2. 上横 3. 顶杆 4. 压舌(2个) 5. 下横 6. 磁性样品台

7. 整副模具翻转180度后，取走压圈



8. 放入压片机中(注意方向)



9. 旋紧螺杆，顺时针旋紧阀门，将手柄插入压片机掀手空内，用手柄上下加压至适当压力(20Mpa即可)。
持续加压后，逆时针旋转阀门，放松螺杆，取下模具即可。



10. 再次将整副模具翻转180度

11. 将样品放入磁性样品台，盖好。拿起下横，轻轻向下按压上横，即可将样品顶出。

