

溴化钾质量对红外光谱测试结果的影响

江山

(华南理工大学分析测试中心 广州市天河区五山路 381 号 510640)

摘 要 溴化钾(KBr)在中红外区段没有吸收峰,所以常作为红外光谱测试样品的载体。如果溴化钾试剂中混有杂质,则杂质产生的吸收峰会对样品测试的红外光谱形成干扰和影响。对国内外多家厂商的溴化钾试剂分别进行了红外光谱测试,就溴化钾试剂质量对红外光谱测试的影响进行了分析和论述。分析表明,红外光谱实验所选用的溴化钾纯度至少应当在 99% 以上。

关键词 溴化钾; 红外光谱; 杂质

中图分类号: O 657. 33

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2010)02-0529-03

1 引言

溴化钾是红外光谱实验必不可少的试剂,完全纯的溴化钾在中红外区($4000\text{—}400\text{cm}^{-1}$)没有红外吸收出现^[1],因此分析纯的溴化钾是红外光谱制样的最佳选择。在红外光谱实验的制样过程中,如果所选用的溴化钾中含有杂质,按照样品与溴化钾 1 : 100 的比例混合压片进行制样^[2],则溴化钾中千分之一的某种杂质化合物所引起的红外吸收,就有可能对样品的红外光谱形成干扰峰,从而影响测试结果。

现在市面上销售的溴化钾试剂纯度如何?对红外光谱测试造成多大影响?通过对多家厂商的溴化钾试剂进行红外光谱测试,根据测试结果,分析这些溴化钾的质量及其对红外光谱测试的影响。

2 仪器与试剂

VECTOR 33 傅里叶变换红外光谱仪(德国 Bruker 公司); Axió PW 4400 X 射线荧光光谱仪(荷兰 Panalytical 公司)。

购买 8 家不同厂商的溴化钾(分析纯)试剂,具体厂商如下:天津福晨化学试剂厂、北京化工厂、中国医药公司北京采购供应站、广州化学试剂厂、汕头光华化学厂、中国医药(集团)上海化学试剂公司、广州新建精细化工厂、德国 Merck 公司。排序从 A 到 H。

3 实验与分析

通过傅里叶变换红外光谱仪进行测试,可以检验溴化钾的质量。检测条件如下:采用空气作背景,称取约 200mg 的溴化钾压片。扫描范围 $4000\text{—}400\text{cm}^{-1}$;扫描次数 16;分辨率 4cm^{-1} ,测试结果见图 1。

根据对 8 家厂商溴化钾试剂的红外光谱测试结果,这些溴化钾都不同程度存在着杂质的红外

联系人,电话: (020)87111074; 手机: (0)13104850509; E-mail: jsscute@126.com

作者简介: 江山(1955—),男,广东省普宁市人,高级实验师,硕士,主要从事红外光谱和拉曼光谱测试分析工作。

收稿日期: 2009-07-31; 接受日期: 2009-08-27

吸收峰, 其中 1568 、 1409 、 1342 、 1018 、 924cm^{-1} 处的吸收峰与乙酸盐的红外吸收特征相符; 1401cm^{-1} 和 876cm^{-1} 处的吸收峰与碳酸盐的红外吸收特征相符^[3]; 1384cm^{-1} 处的吸收峰与硝酸盐的红外吸收特征相符^[4]; 3440cm^{-1} 和 1630cm^{-1} 附近的吸收为水分的红外吸收特征, 见表 1。

从图 1 和表 1 的分析说明:

(1) 多数溴化钾试剂中都不同程度含有水分和硝酸盐。

(2) 除水分和硝酸盐外, 天津福晨化学试剂厂、北京化工厂、中国医药公司北京采购供应站三家厂商的溴化钾试剂在不同波数位置出现了其他的杂质吸收峰, 说明有不同类型杂质影响了 KBr 试剂的纯度。

(3) 天津福晨化学试剂厂和北京化工厂两家溴化钾试剂中的杂质非常明显。X 射线荧光光谱

(XRF) 测试结果表明, 天津福晨化学试剂厂产品中除 KBr 外的杂质含量大于 30%, 其中含有明显的 Na、Cl、P 元素。两家产品杂质峰的透射率均小于 10%, 如果用这样的 KBr 制样, 样品测试的红外光谱图中, 杂质峰比样品的红外吸收峰还强, 测试结果无法正常反映样品的红外光谱特征。显然, 这样的 KBr 试剂已经不适用于作红外光谱试样的载体。

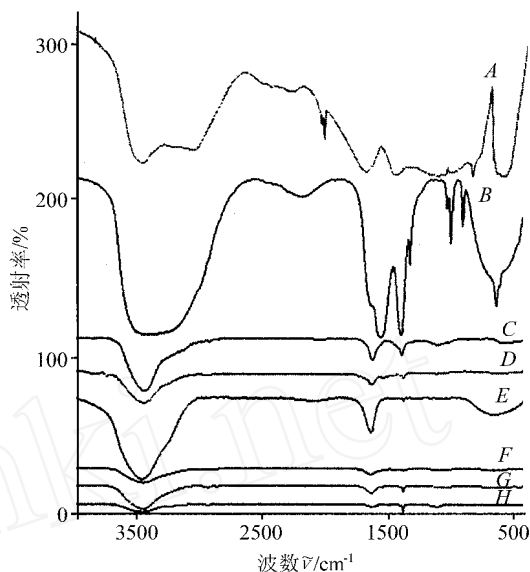


图 1 8 种 KBr 产品的红外光谱图

表 1 溴化钾试剂的杂质峰情况

排序	厂家	溴化钾中杂质峰位置 (cm^{-1})	杂质峰对应的 最小透射率(%)	可能的杂质
A	天津福晨化学试剂厂	3466, 2026, 1697, 1455, 1126, 849, 607	7.2	含 Na、Cl、P 的化合物
B	北京化工厂	1568, 1409, 1342, 1018, 924	0.2	乙酸盐
C	中国医药公司北京采购供应站	1401, 876, 3439, 1631	89.3, 65.9	碳酸盐、水
D	广州化学试剂厂	3444, 1632, 1384	79.5, 95.7	水、硝酸盐
E	汕头光华化学厂	3450, 1639, 1384	48.2, 98.2	水、硝酸盐
F	中国医药(集团)上海化学试剂公司	3448, 1637, 1384	91, 98.6	水、硝酸盐
G	广州新建精细化工厂	3450, 1631, 1384	84.8, 95.6	水、硝酸盐
H	德国 Merck 公司	1384	95.1	硝酸盐

溴化钾中的杂质会对谱图造成干扰, 当杂质峰的透射率小于 90% 时, 其谱峰相当明显, 通过背景扣除法也难以完全消除其影响。而对于较弱的杂质峰, 如图 1 所示 1384cm^{-1} 附近的硝酸盐杂质峰, 当样品量较少或样品的红外吸收峰较弱时, 这些硝酸盐吸收峰的存在也会对样品测试谱图造成一定的干扰和影响。

由于溴化钾容易吸潮而难以避免含有水分^[5]。如果溴化钾中明显含有水分且未能通过干燥处理消除干净时, 水的红外吸收会对谱图形成干扰^[6], 这时可能有两种情况出现: 当含有样品的晶片水分含量高于背景扫描所用的溴化钾所含水分时, 谱图会在 3440cm^{-1} 和 1630cm^{-1} 附近形成常见的水吸收峰(见图 2 中谱线 A); 而如果含有样品的晶片水分含量低于背景扫描所用的溴化钾所含水分时, 就有可能在 3400cm^{-1} 和 1630cm^{-1} 附近形成负的水吸收峰(见图 2 中谱线 B)。这两种情况的出现都会对样品红外光谱测试结果形成干扰和影响。

4 结论

(1) 由于红外光谱实验对溴化钾的质量要求较高, 而市面上销售的溴化钾试剂质量参差不齐, 所以购买时要特别注意。使用前必须通过红外光谱测试检验其纯度, 避免使用在红外谱图中明显含有杂质峰的试剂进行制样。红外光谱实验所选用的溴化钾纯度至少应当在 99% 以上, 最好能达到 99.9%。

(2) 溴化钾在使用前应充分进行干燥处理, 以除去试剂中的水分。

(3) 根据测试结果, 广州化学试剂厂、汕头光华化学厂、中国医药(集团)上海化学试剂公司、广州新建精细化工厂、德国 Merck 公司等提供的溴化钾试剂, 杂质影响较小, 适用于红外光谱实验。

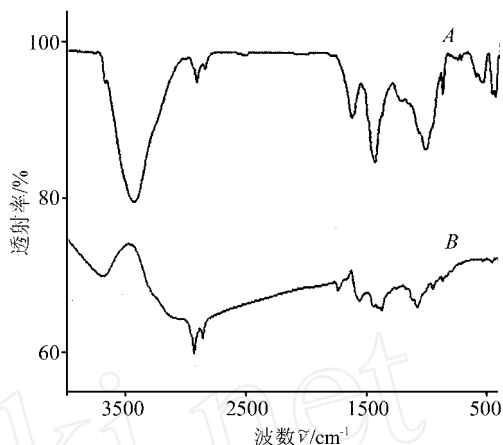


图 2 红外谱图中含有水吸收干扰峰

参考文献

- [1] 卢涌泉, 邓振华. 实用红外光谱解析[M]. 北京: 电子工业出版社, 1985. 12
- [2] 常建华, 董绮功. 波谱原理及解析[M]. 北京: 科学出版社, 2005. 73
- [3] 王正熙. 聚合物红外光谱分析和鉴定[M]. 成都: 四川大学出版社, 1989. 276
- [4] 彭勤纪, 王璧人. 波谱分析在精细化工中的应用[M]. 北京: 中国石化出版社, 2001. 54
- [5] 吴瑾光, 王正熙, 王永泰等. 近代傅里叶变换红外光谱技术和应用(上卷)[M]. 北京: 科学技术出版社, 1994. 104
- [6] 翁诗甫. 傅立叶变换红外光谱仪[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 66

Effects of Quality of Potassium Bromide on IR Spectrum Testing

JIANG Shan

(Analytical & Testing Center, South China University of Technology, Guangzhou 510640, P. R. China)

Abstract Potassium bromide (KBr) is a common analytic chemical agent of infrared spectrum testing. Pure KBr has not any infrared absorption peaks from 4000cm^{-1} to 400cm^{-1} . If KBr contains some impurity, the infrared absorption of the impurity would disturb infrared spectrum of sample. The quality of KBr chemical agents from several companies were tested by infrared absorption spectroscopy. The testing results show that the quality of KBr affects infrared spectrum. The purity of KBr should be higher than 99% for infrared testing.

Key words Potassium Bromide; Infrared Spectrum; Impurity

中国期刊数据库驰名网址

1. 《中国数字期刊群 CHINA INFO (万方数据 WANFANG DATA)》
<http://www.periodicals.net.cn> <http://www.wanfangdata.com.cn>
2. 《中国期刊网(中国知网 CNKI)》
<http://www.cnki.net.cn> <http://www.chinajournal.net.cn>
3. 《中国科学引文数据库 CSDC》
<http://www.sciencechina.ac.cn>