



# 样品前处理与红外光谱分析

华南理工大学分析测试中心  
江山

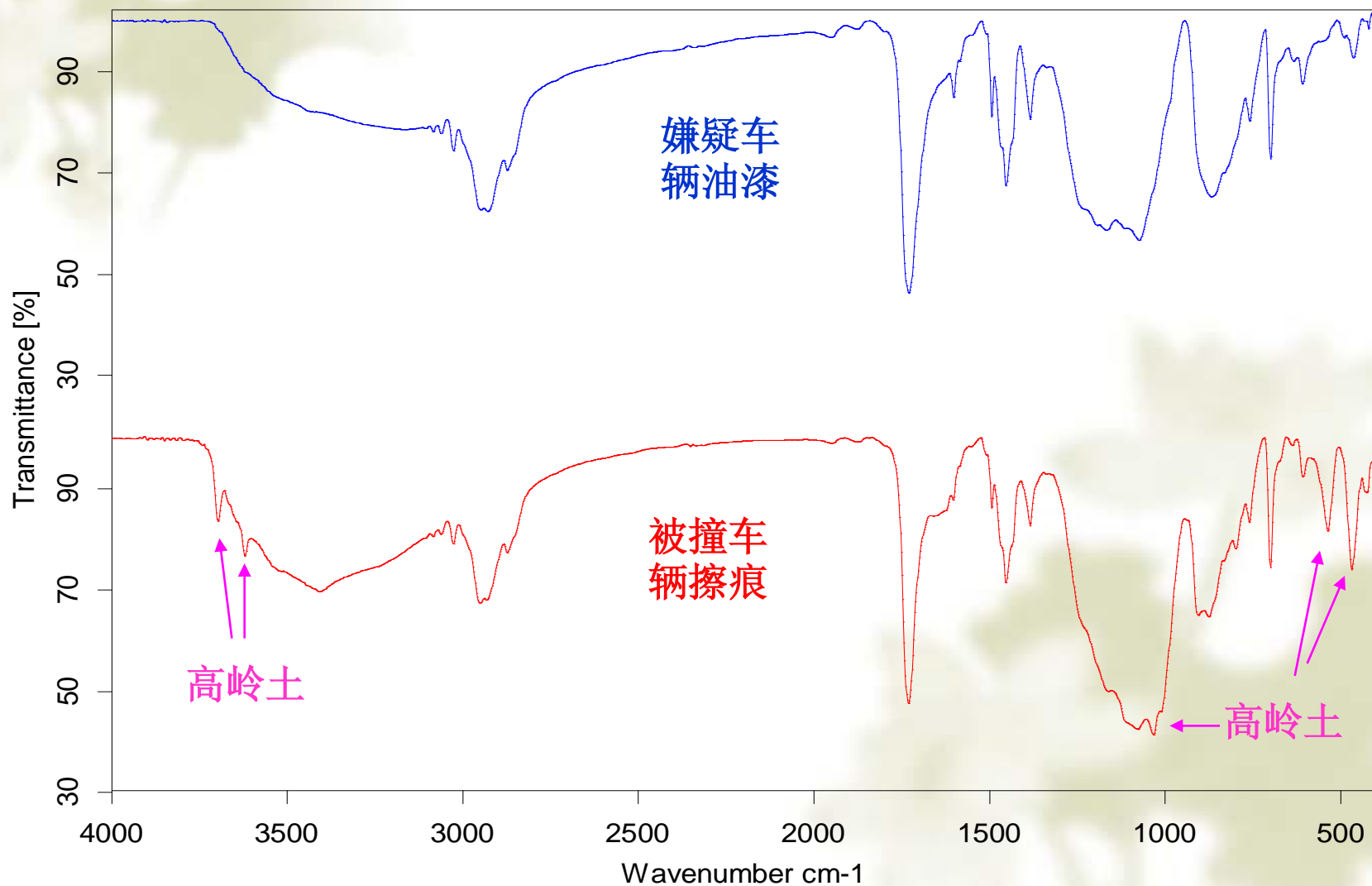
# 报告内容



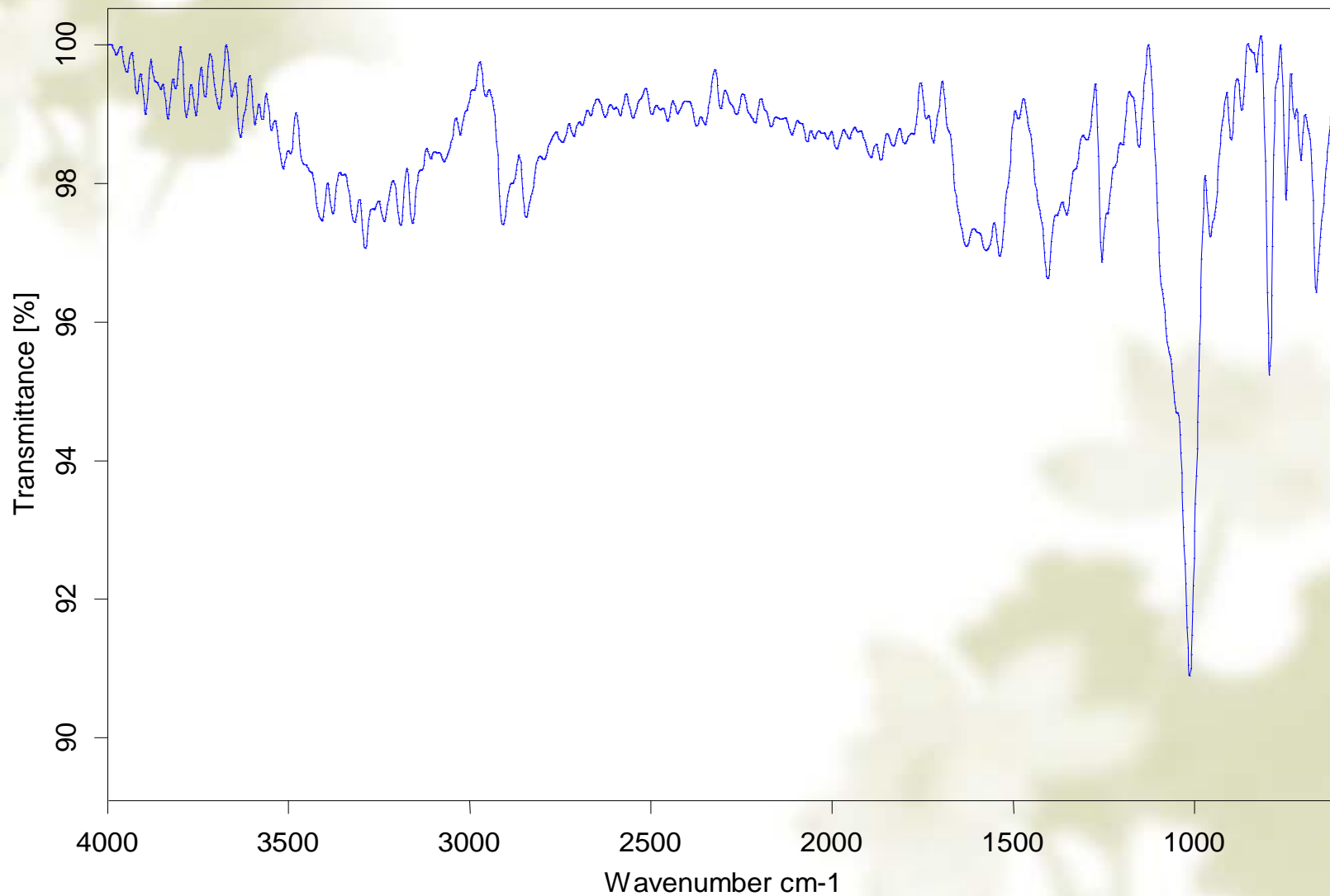
---

- 样品前处理的意义
- 红外样品的制备方法
- 混合物样品常用的分离方法
- 溶剂萃取分离方法
- 溶剂萃取法与红外光谱分析

# 物证的红外光谱比较与鉴别



# 橡胶的红外光谱 (ATR) 测试结果



## 红外光谱测试分析过程

- ❖ 样品前处理与制样
- ❖ 红外光谱测试
- ❖ 谱图分析
  - ↪ 谱图质量分析
  - ↪ 样品化合物类型分析（无机物、有机物、混合物）
  - ↪ 结果分析
    - ❖ 1. 分析结果确定，给出结论。
    - ❖ 2. 结果不确定，需要重新进行样品前处理和制样。

## 红外光谱样品制备方法

### ❖ 固体样品制样

☞ 研糊法（液体石蜡法）

☞ **KBr**压片法

☞ 溶液成膜法

☞ 熔融法

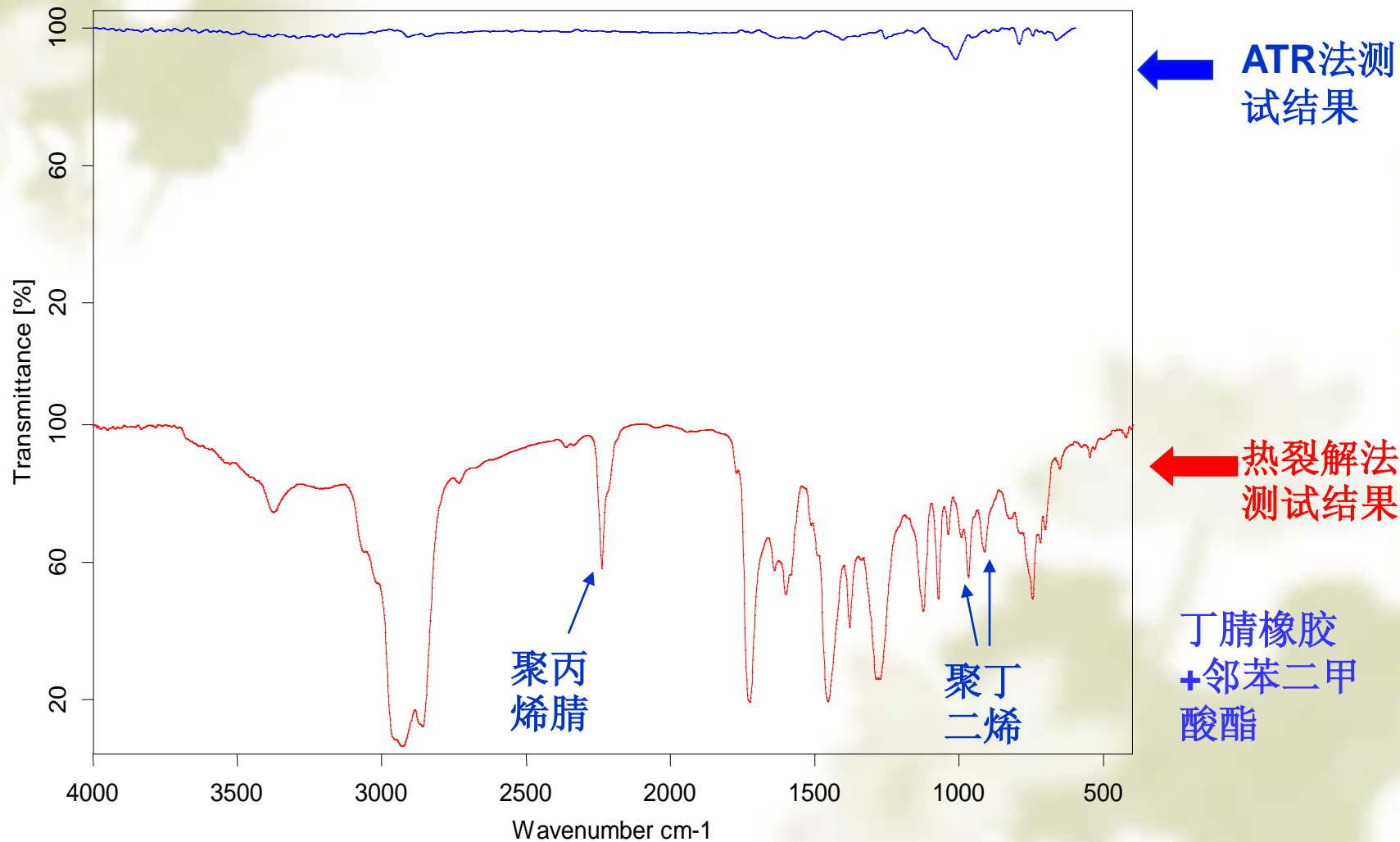
☞ 反射法（**ATR**、镜反射、漫反射）

☞ 热裂解法

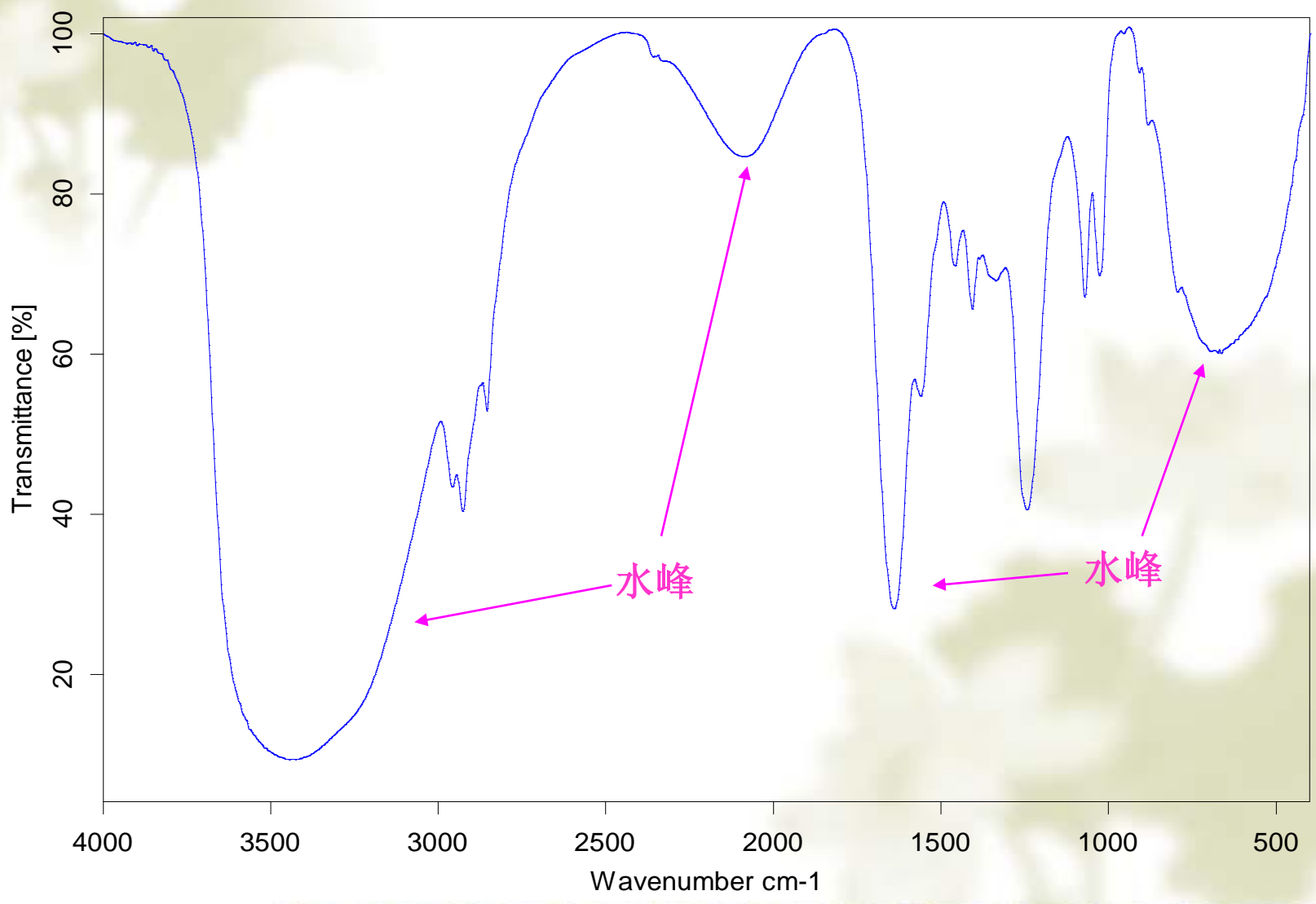
### ❖ 液体样品制样

☞ **液膜法**

# 橡胶样品ATR和热裂解测试



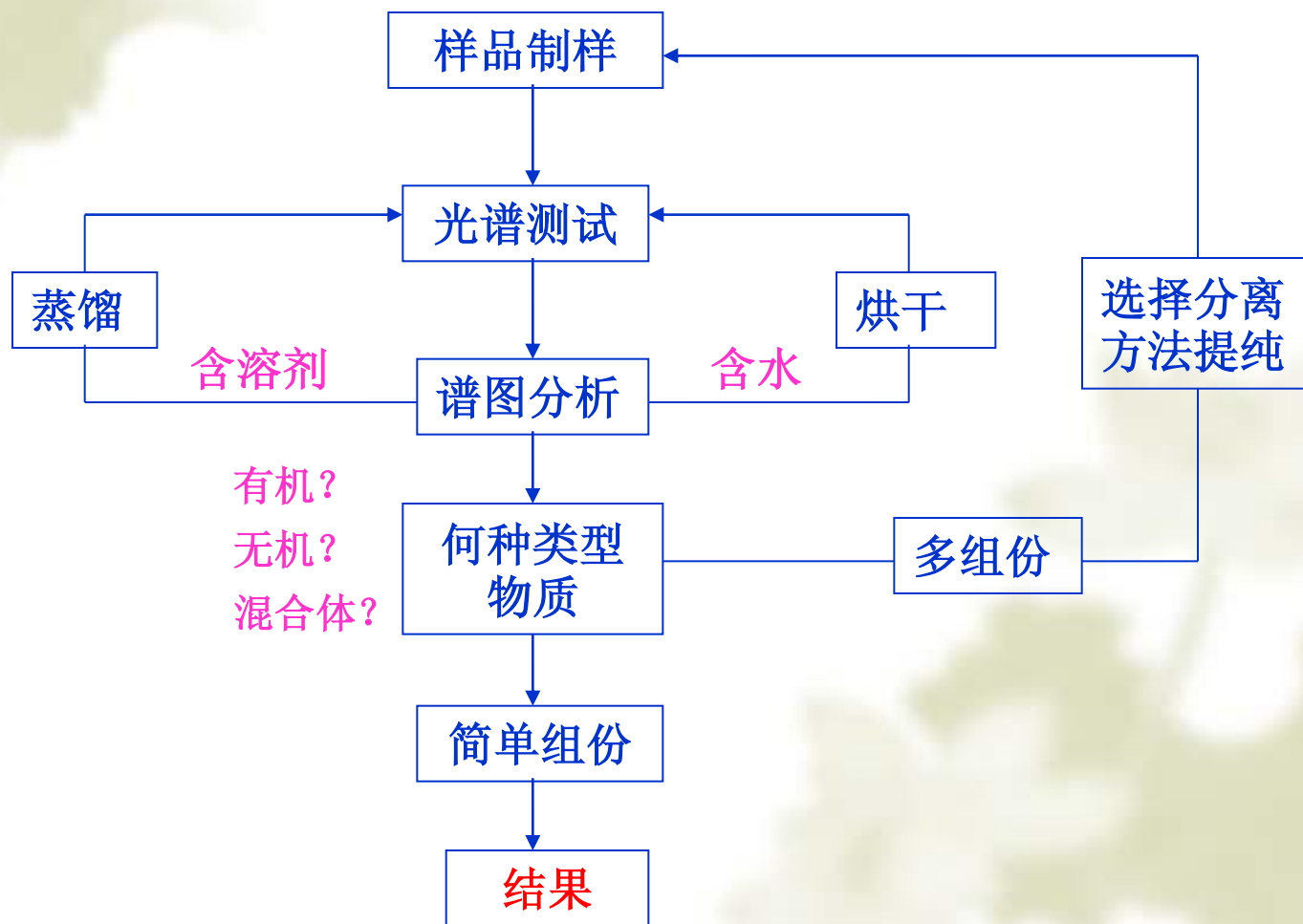
# 液体样品（含水）的谱图



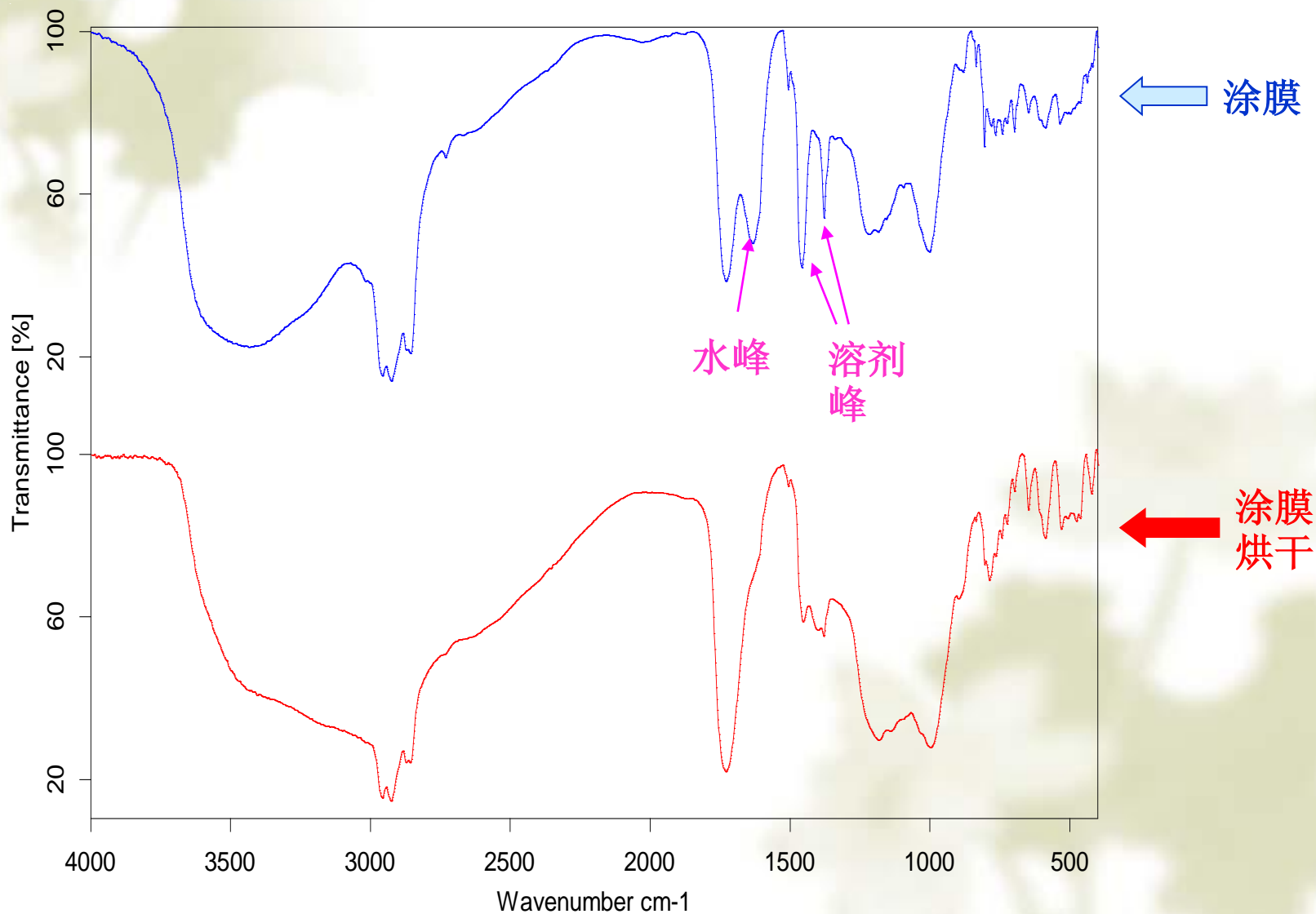
## 复合材料的分析

红外光谱是材料分析的有利工具。由于许多复合材料是由无机、有机和高分子等多种成分构成，各种精细化工产品同时可能包括有机溶剂（水）及多种添加剂。要通过红外光谱方法分析这些材料和产品的组分，必须对样品进行分离和提纯。

# 未知物样品的分析步骤



# 含有机溶剂样品的谱图



## 混合物样品常用的分离方法

- ❖ 物理、化学分离法
  - ❧ 蒸馏与分馏
  - ❧ 溶剂萃取
  - ❧ 结晶与沉淀
  - ❧ 过滤与膜分离
  - ❧ 浮选分离法
  - ❧ 热裂解
- ❖ 色谱（薄层色谱、柱色谱或制备色谱）法

## 溶剂萃取法要点

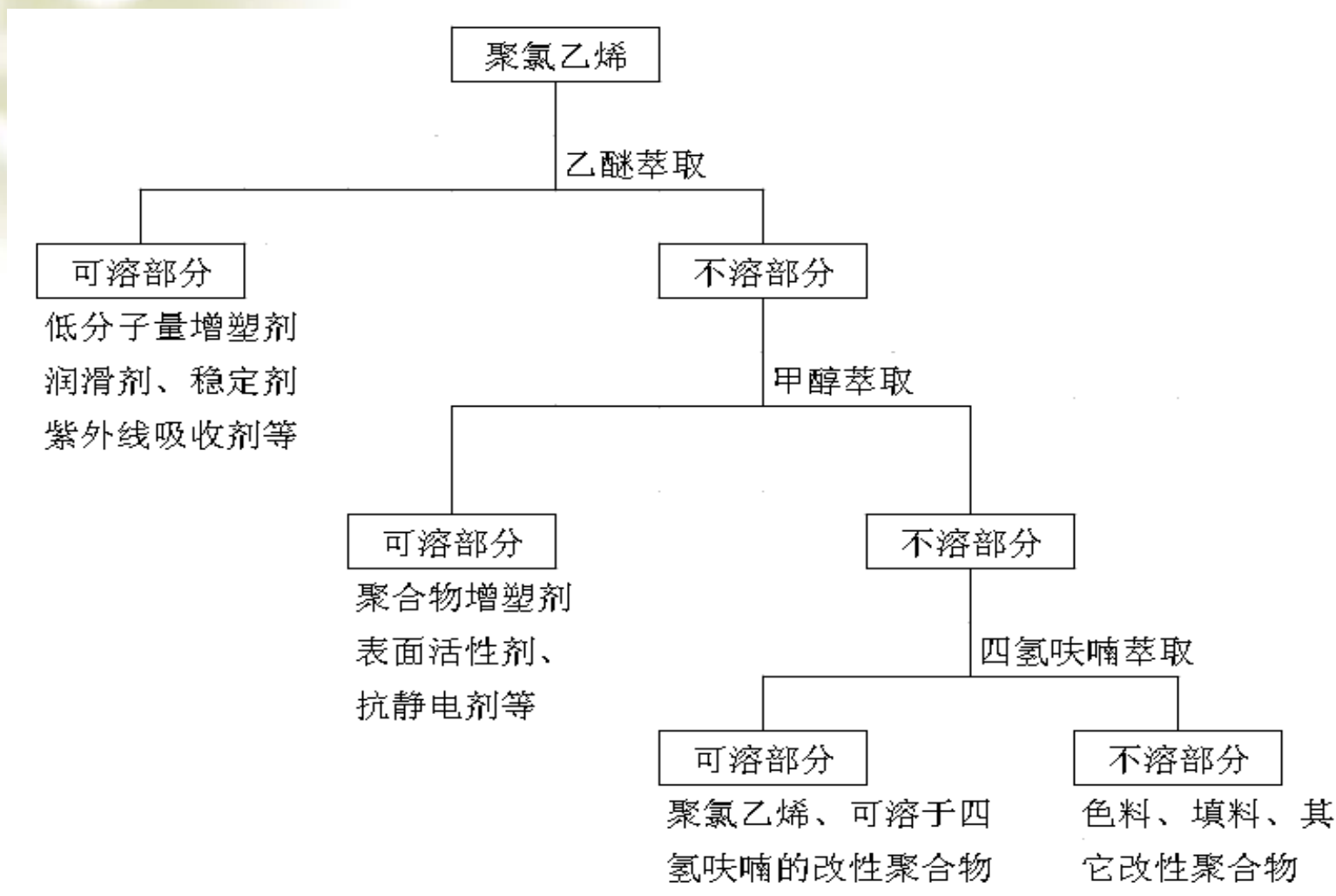
溶剂萃取法是利用物质在不同溶剂中的溶解不同和分配系数的差异，使物质达到相互分离和浓集的方法，使用该方法需注意：

- ❖ 极性物质易溶于极性溶剂，非极性物质易溶于非极性溶剂。因此可根据样品的极性选择溶剂。
- ❖ 碱性物质易溶于酸性溶剂，酸性物质易溶于碱性溶剂。因此可根据样品的酸碱性选择溶剂。
- ❖ 溶剂萃取结合溶剂沉淀方法。
- ❖ 待萃取的固体样品颗粒尽量小。
- ❖ 尽量采用低沸点的溶剂作萃取剂。

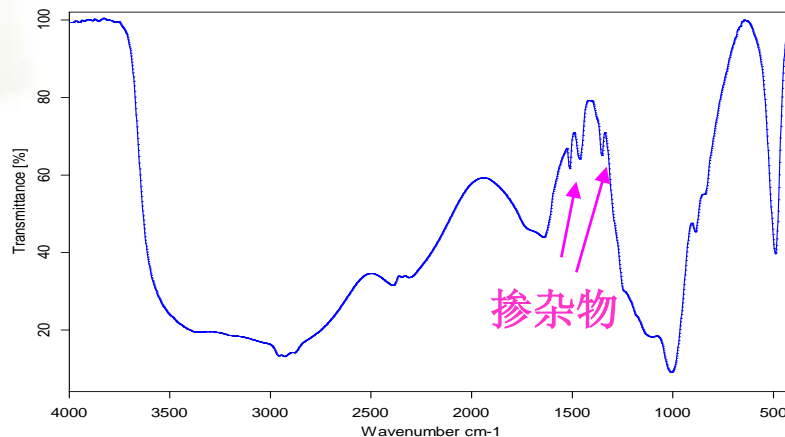
## 萃取各类添加剂常用的溶剂

溶剂	添加剂
乙醚	抗氧化剂、增塑剂、稳定剂
甲醇/四氯化碳	聚合型增塑剂
水	纤维素衍生物、溶于水的抗氧化剂
苯	蜡
甲醇	乳化剂、抗静电剂、胺类抗氧化剂
氯仿	紫外吸收剂、酚类抗氧化剂
丙酮	稳定剂、抗氧化剂、矿物油、脂肪酸

# 聚氯乙烯样品萃取步骤



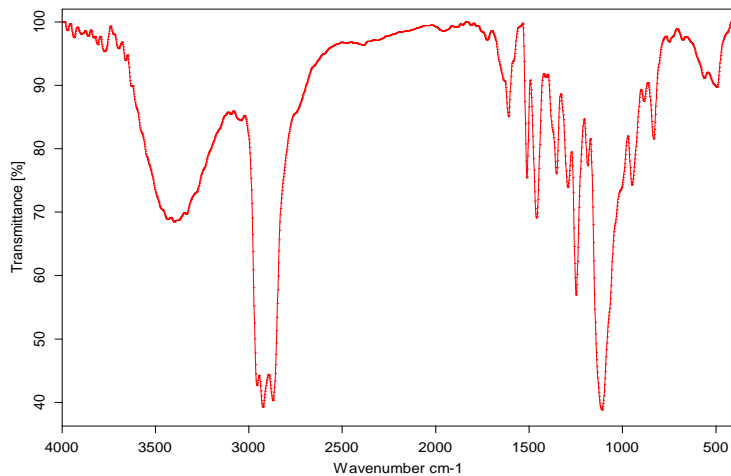
# 无机酸中的有机物分析



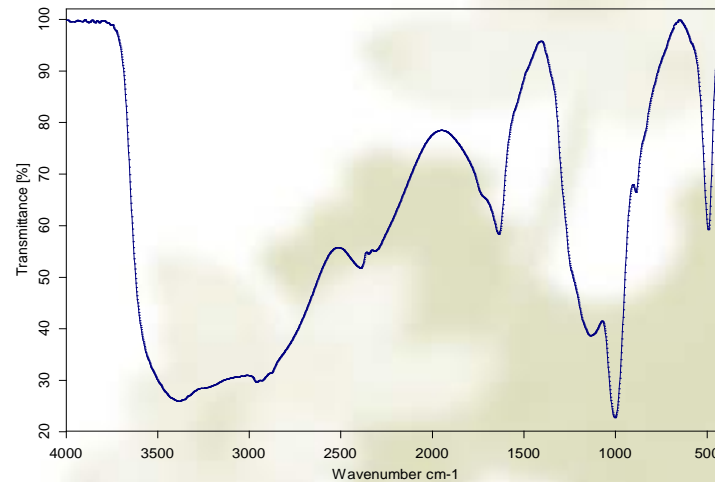
乙醚溶



乙醚不溶



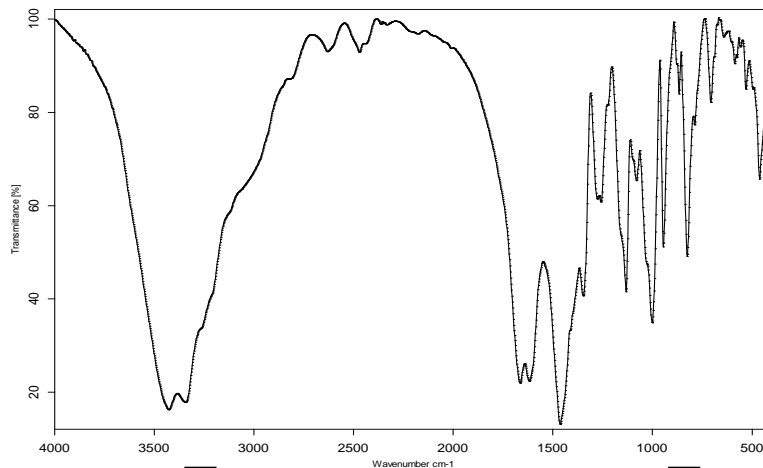
烷基酚聚氧乙烯醚



磷酸

# 一种未知粉末样品的成分分析

样品A  
谱图

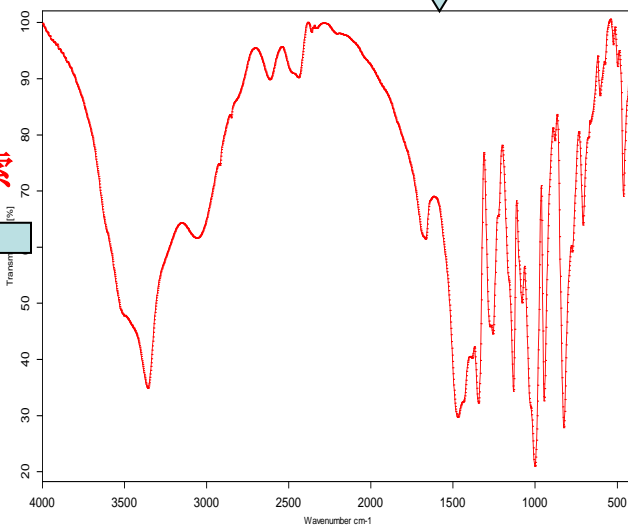


分离出  
A1样

分离出  
A2样

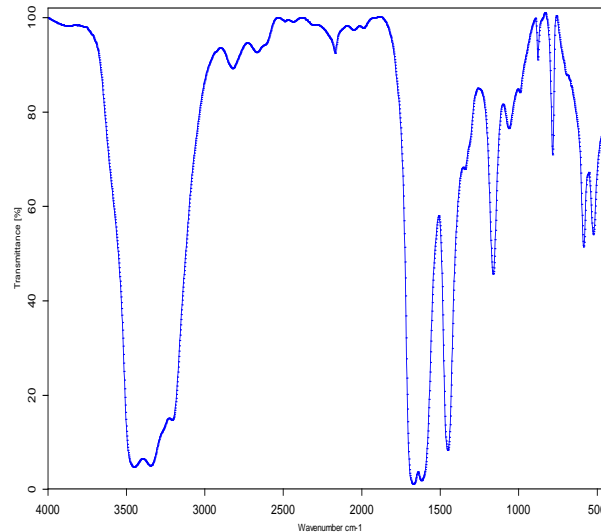
硼砂

检索

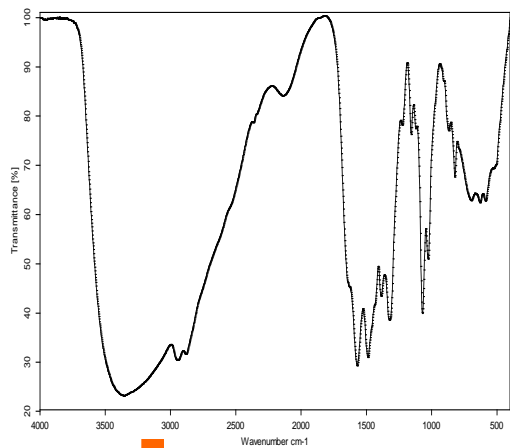


检索

尿素

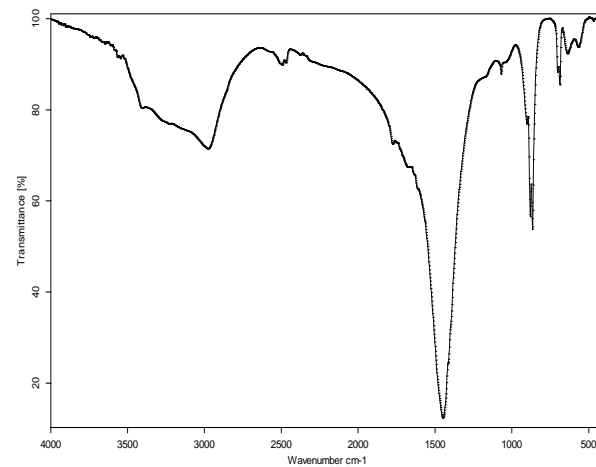
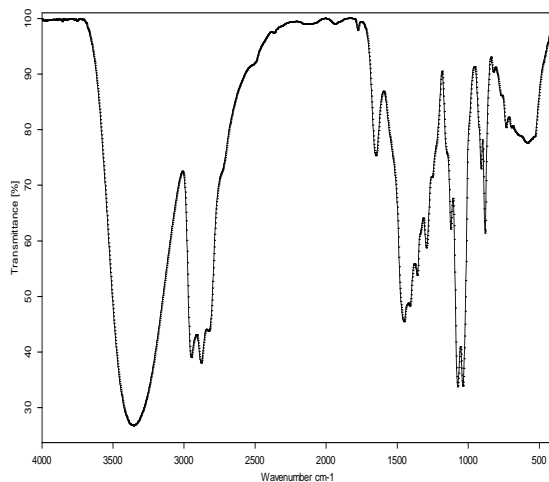


# 退膜剂的成分分析

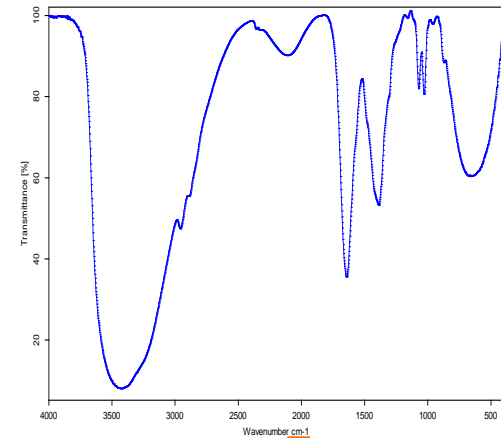
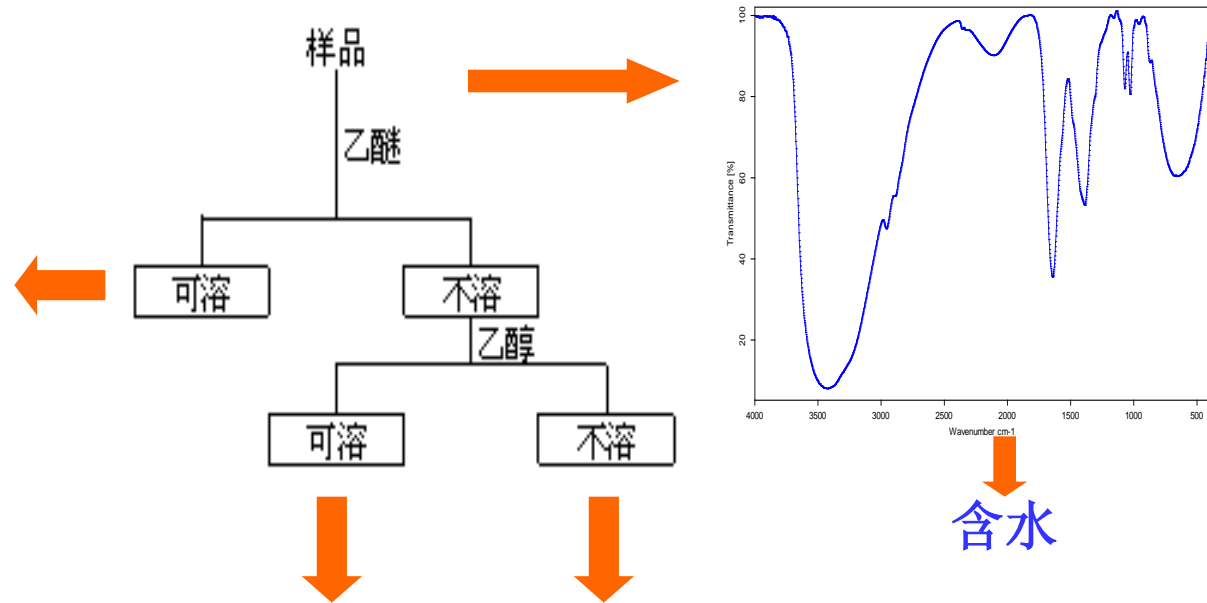


单乙醇胺

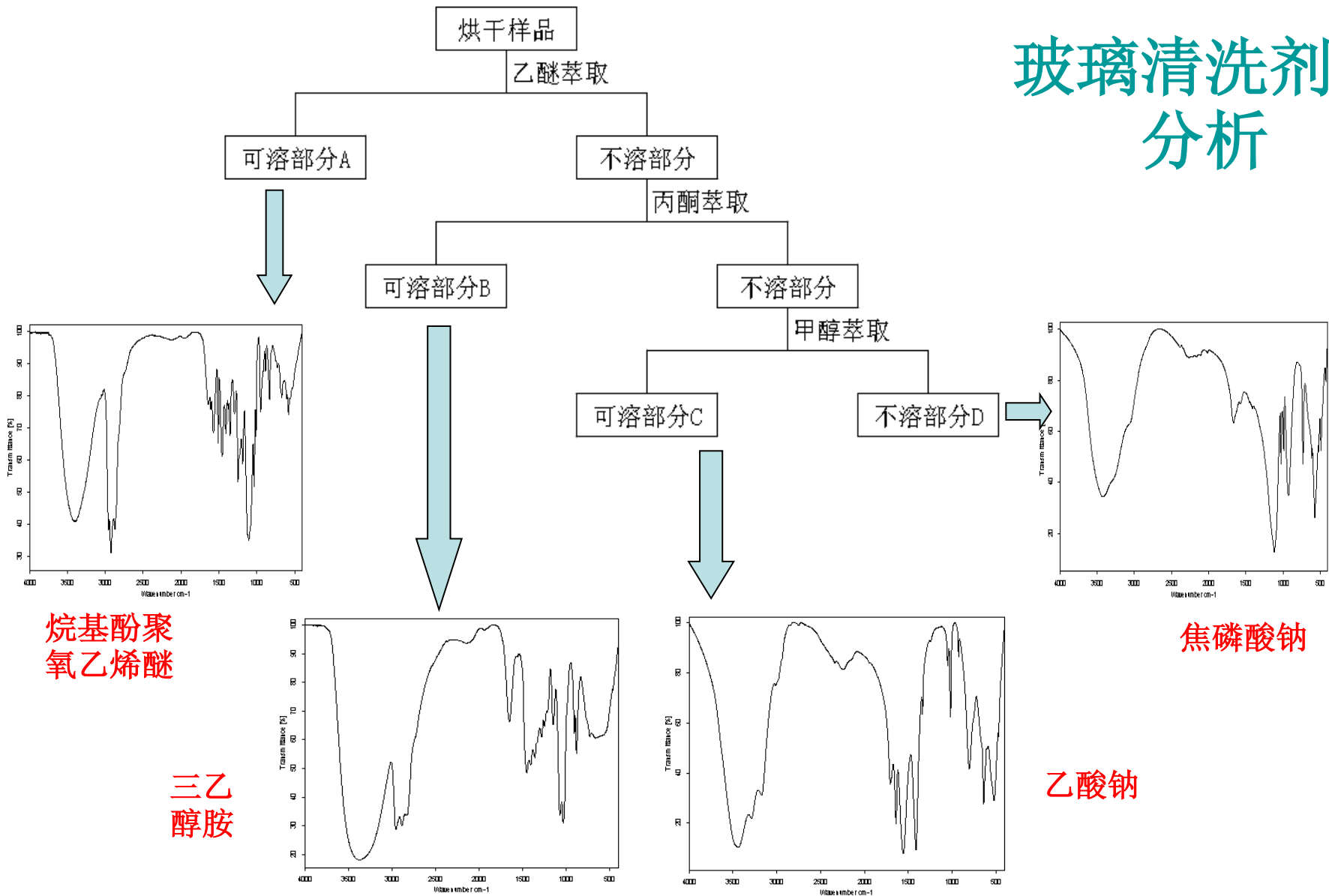
三乙醇胺



碳酸钠



# 玻璃清洗剂的 分析



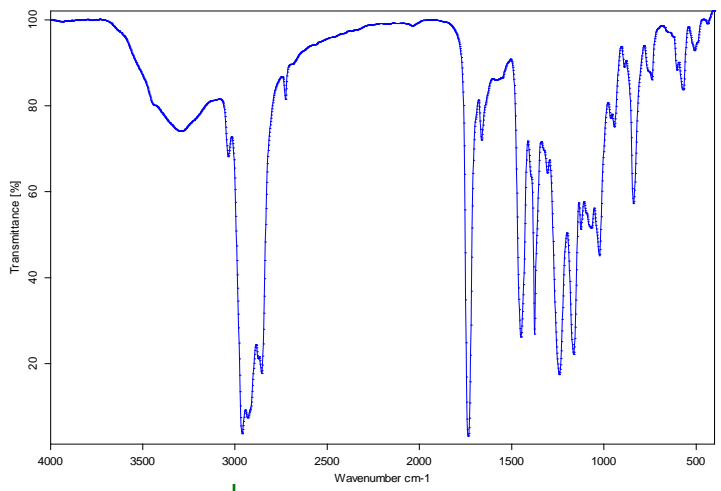
烷基酚聚  
氧乙烯醚

三乙  
醇胺

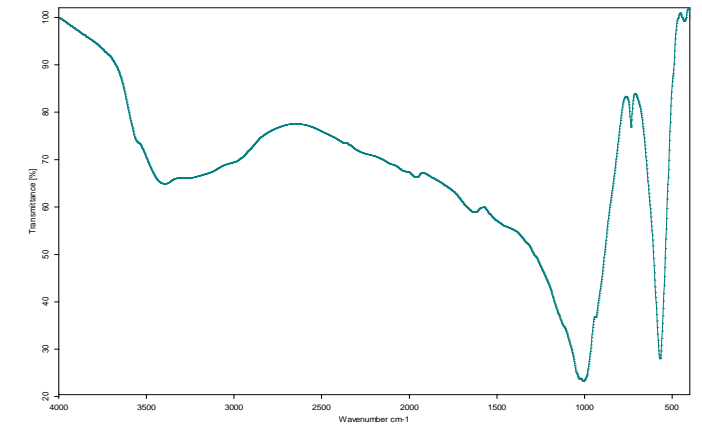
焦磷酸钠

乙酸钠

# 涂料的成分分析

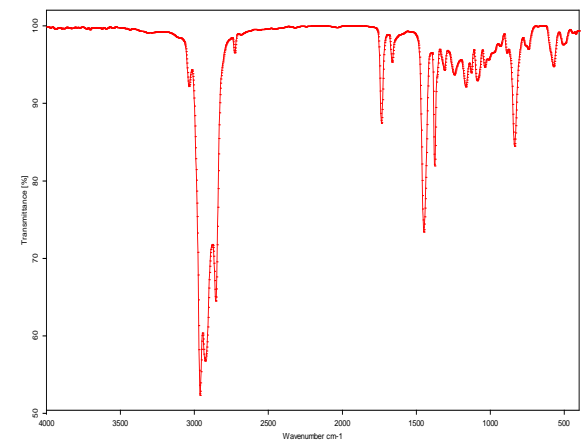


萃取剩余



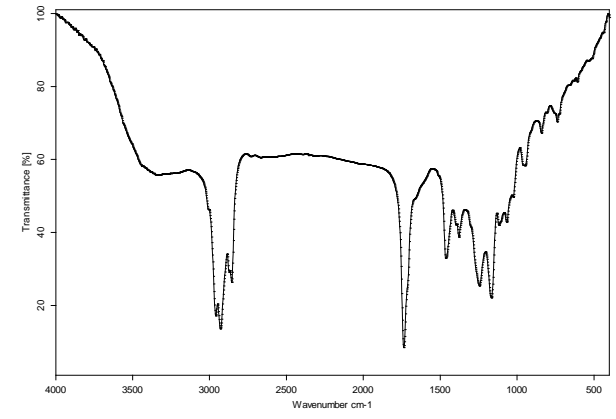
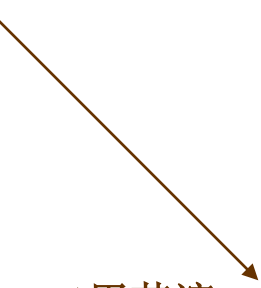
磷酸钠

石油醚溶  
二甲苯不溶



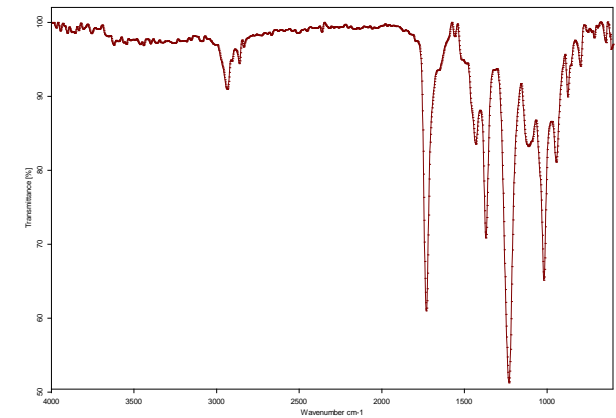
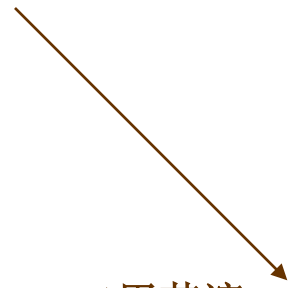
天然橡胶

乙醇溶



聚丙烯酸丁酯

二甲苯溶  
石油醚不溶



聚醋酸乙烯酯

# 一种皮革材料的成分分析 (ATR)

聚氨酯

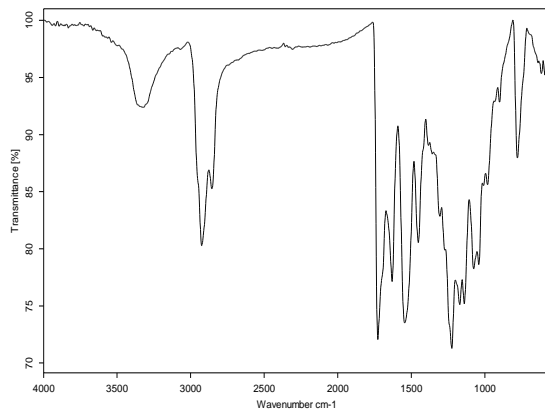


图1 样品上表面的红外光谱

聚异戊二烯

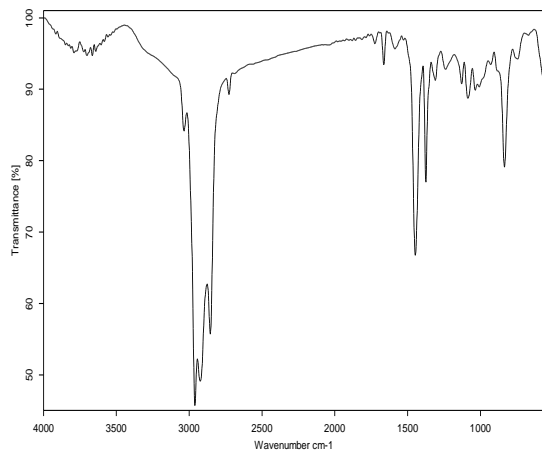


图2 样品下表面的红外光谱

涤纶

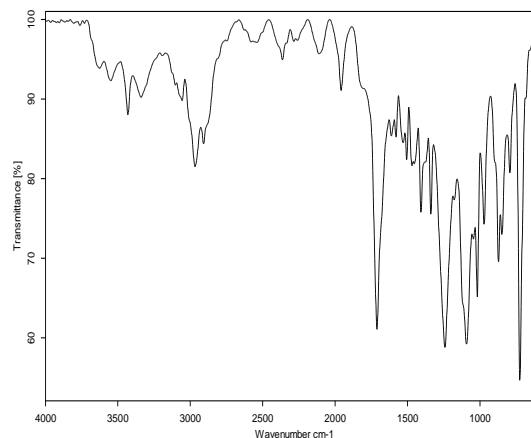


图3 样品中布料的红外光谱

# 一种皮革材料的成分分析(分离处理)

邻苯二甲酸酯

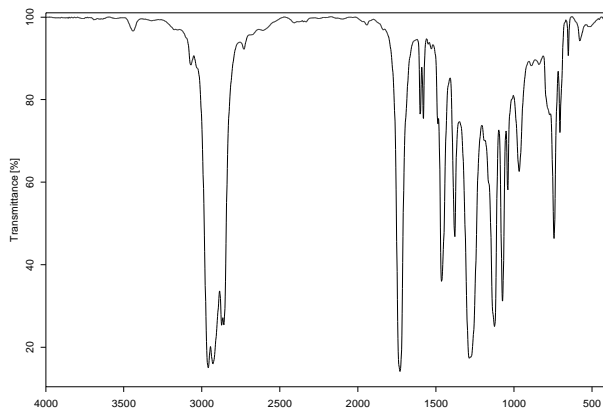


图4 石油醚萃取物的红外光谱

硬脂酸钡

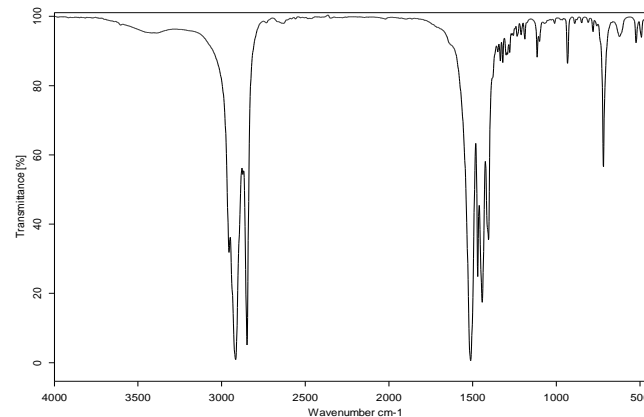


图5 热甲醇萃取物的红外光谱

聚氯乙烯

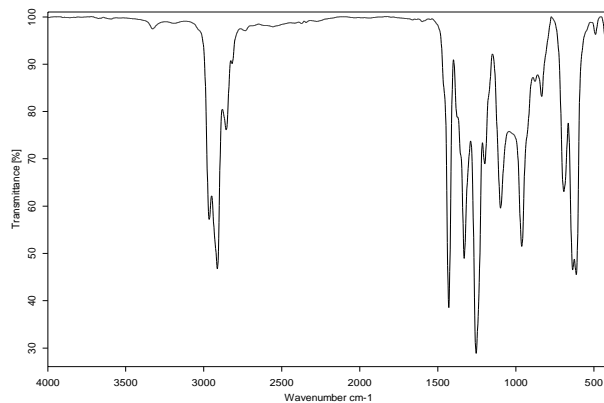


图6 四氢呋喃萃取物的红外光谱

碳酸钙

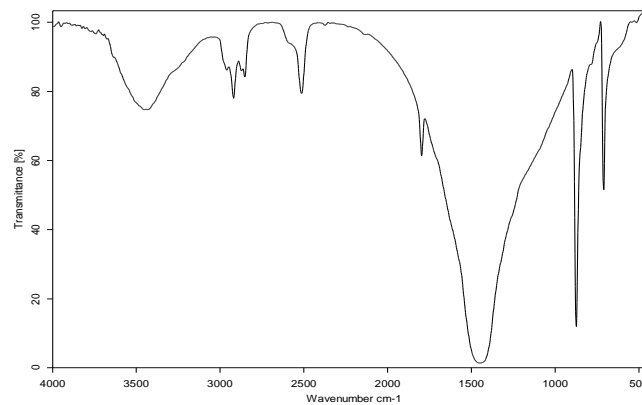
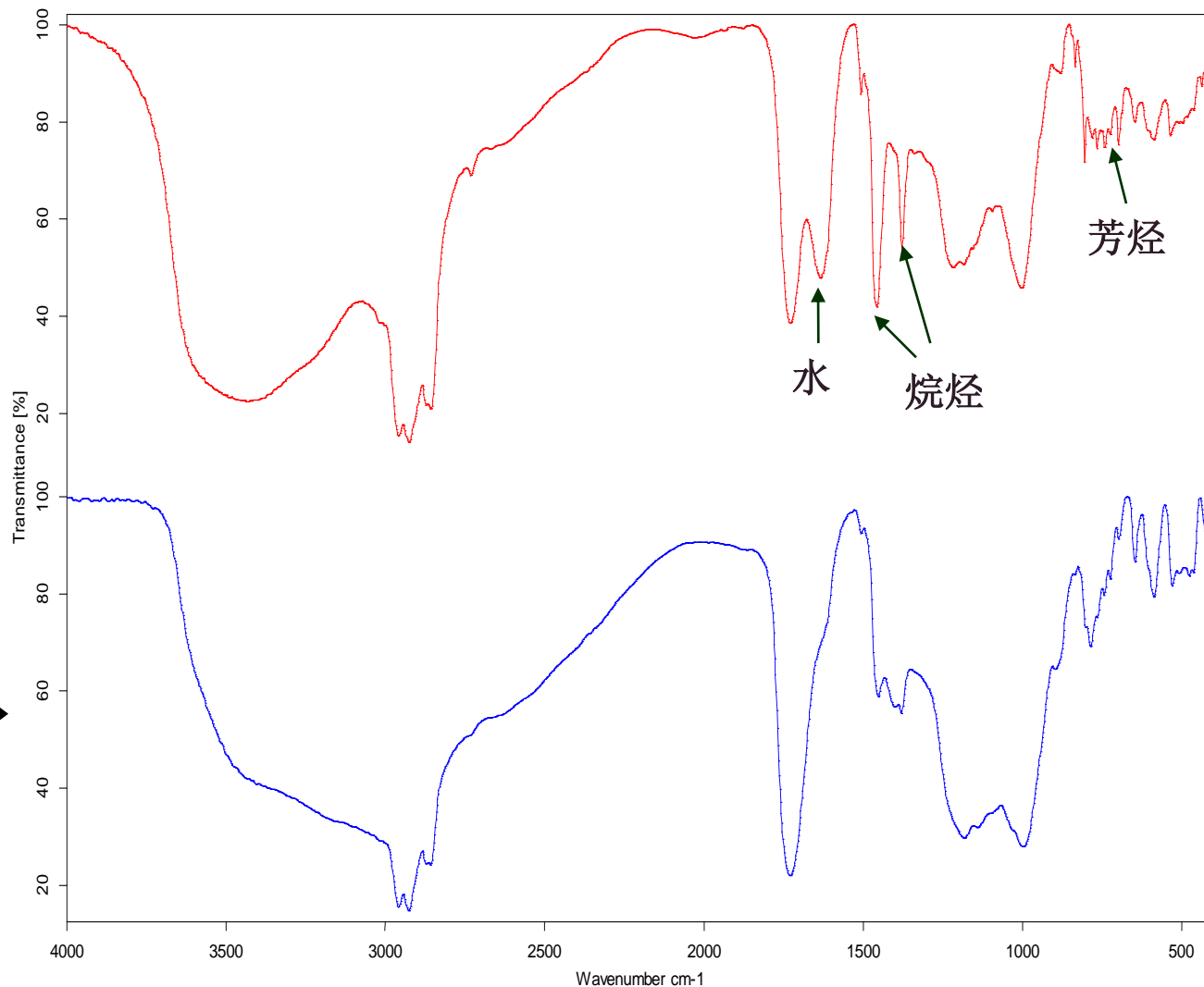


图7 灼烧残渣的红外光谱

# 酸性清洗剂样品中的溶剂判别

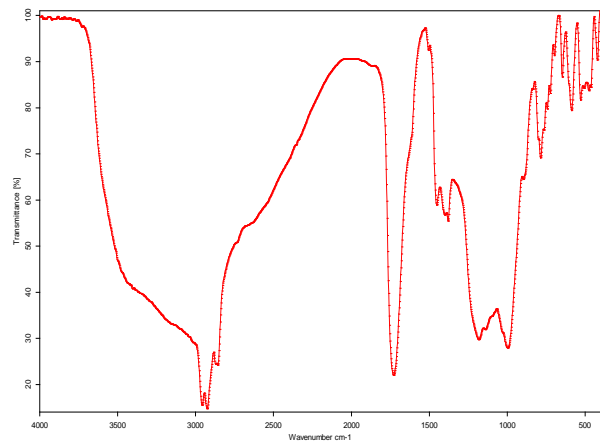
样品涂片的  
谱图



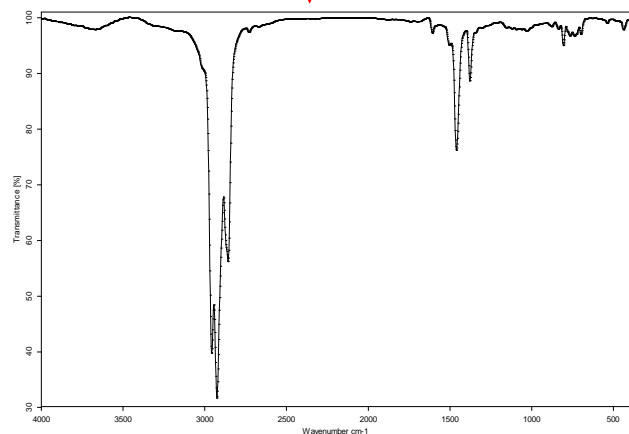
样品涂片后  
烘干的谱图



# 酸性清洗剂样品的成分分析

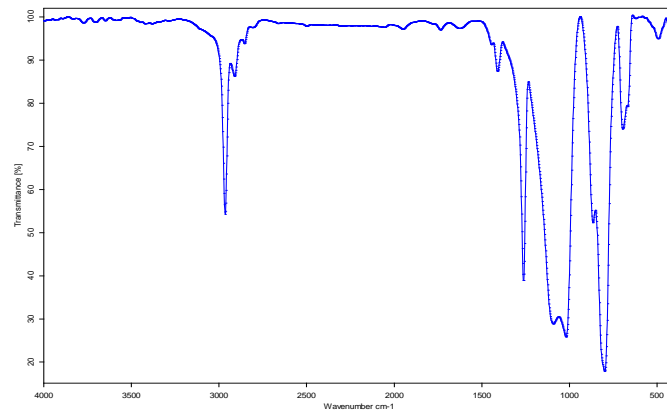


分离



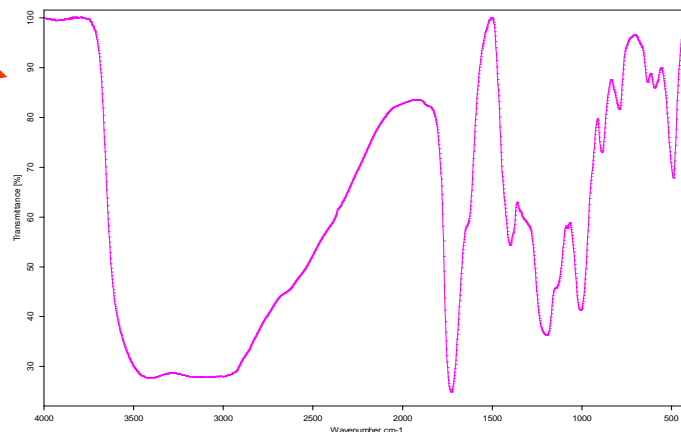
烷烃

分离



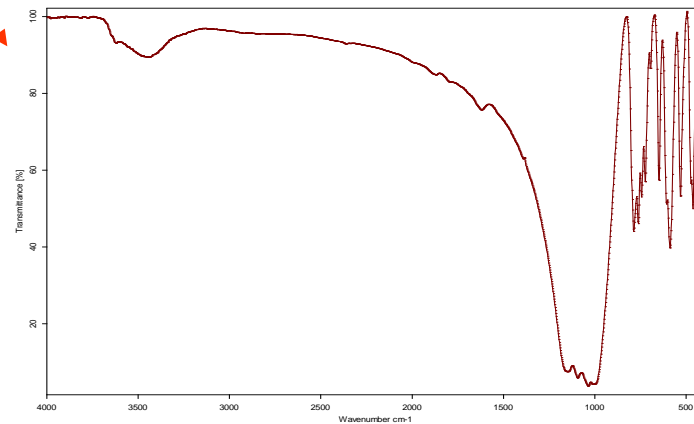
有机硅

分离



柠檬酸 + 磷酸

分离



钠长石

## 结 论

- 样品前处理的好坏关系样品分析的质量和准确度。
- 样品制备和前处理是红外测试的前提条件，谱图的分析结果反过来可以判断样品前处理的有效性。
- 多组分样品的分析离不开样品的分离和纯化。
- 溶剂萃取法是样品分离和纯化的常用方法。
- 溶剂萃取法结合红外光谱测试分析能对多组分样品进行有效的分析鉴定。

谢 谢

江 山

[jsscute@126.com](mailto:jsscute@126.com)

13104850509

