

FTIR 常见问题

F5/Q1. 注意事项

F4/A1. 1、 仪器如果需要搬动，请先把仪器外盖打开，把相关的固定螺丝拧紧后再搬动，搬动位置后开始使用前记得先把固定螺丝松开，所拧螺丝如下图所示：（其中包括两个十字螺丝和一个内六角螺丝，需要准备相应工具。）



2、 ATR 使用时应注意哪些注意事项？ 答：晶体折射率需大于样品折射率；样品应跟晶体紧密接触；如果测定的谱图需要和透过法的谱图进行比较时，应做 ATR 校正；若附件本身没有压力监控功能需通过软件的监控功能调节压下的压力，否则有可能压坏晶体；应注意各晶体的波数使用范围；ATR 只测到样品表面几个 μm 的信息，如果要测定更深层的样品信息需要将表面去除后再测试；样品测试完后再测下一个样品时，应先通过软件的监控功能查看是否有残留物留在晶体表面，如果有应使用酒精或丙酮清理干净后再测量。 3、使用液体池测量时，一般是用一片窗片做背景。

F3/Q11. 透过法和 ATR 法测试结果有什么差异？如何选择测试方法？

F3/A11. 透过法测试时，红外光穿透整个样品，得到穿透样品的全部红外信息，而 ATR 或别的反射法测试时，红外光是穿透样品的表面数 nm 值 μm 级厚度，只能得到样品的表层信息。

F3/Q10. 红外光谱能否做定量？如果可以，定量准不准确？

F3/A10. 可以。红外定量的前提是需要相应的标准物质，并需要找出待测物质的特征峰，一般如果待测组分含量在百分含量以上时做定量是没有问题的。定量的方法有压片法、液体池法、ATR 法。如果使用压片法或非固定厚度的液体池，应使用内标峰做定量。

F3/Q9. 在 $2250\sim 2400\text{cm}^{-1}$ 经常会出现一个峰，有时甚至是倒峰？

F3/A9. 这是空气中的二氧化碳峰，这是由于做背景跟测样品时样品仓中二氧化碳 的浓度不一致所致，可以点击“处理 2”中的“大气校正”改变“CO₂”一项旁边的数值，直至该峰消失为止，或者点击菜单栏中的“环境仪器参数选择”中的“大气校正”把 CO₂ 和 H₂O 两项打上勾，则仪器测量完谱图后可以自动进行大气校正。

F3/Q8. 对于不同类型的样品应该怎么样选择相应的制样或测定方法？

F3/A8. 橡胶样品：液膜法或石蜡糊法（使用可拆式液体池），也可以使用单次反射 ATR 法。粉末样品：KBr 压片法、漫反射法（使用漫反射附件 DRS-8000A）纸、布、纱线样品：单次反射 ATR 法 薄膜、塑料样品：如果厚度小于 100 μm ，透过法，如果厚度大于 100 μm ，单次反射 ATR 法 金属表面涂层：如果厚度大于 1 μm ，使用单次反射 ATR 法或镜反射法(SRM-8000A),如果厚度小于 1 μm ,反射吸收法(RAS-8000A) 油品分析：如果仅分析矿物油，用石英池，如果分析矿物和植物油，使用氟化钙液体池 不可挥发有机溶剂：可拆式液体池或压片法 可挥发有机溶剂：密封性液体池 水溶液：如果样品浓度在 10%以上，使用可拆式液体池，KRS-5 窗片或 ZnSe 窗片，如果样品浓度在 10%以下，使用衰减全反射法(HATR) 气体样品：气体池 微小样品：红外显微镜(AIM-8800)

F3/Q7. 压片制样时应该注意哪些事项？

F3/A7. 应选用光谱纯的 KBr,否则可能会含有至少第二种碱金属卤化物,致使制得的 KBr 片透光性差,有光散射现象; KBr 与样品的混合物压片前应 120-150 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 小时(当然应考虑样品在该温度下是否会变性),如果条件允许,实际样品通常在真空干燥箱进行操作,否则应低温干燥),抽真空 5-10min,否则制得的压片会有不规则疙瘩斑或呈云雾状混浊;压片不透明或刚压好是透明的,但 1 分钟后出现不规则云雾状混浊是由于压力不够或抽真空时间过短所致,而压片中心出现云雾状但其他地方透明可能是由于压面不平整或 KBr 粉末平铺不均匀所致; KBr 用量约 400mg,加入样品 2-4mg,研磨均匀后烘干,但由于每种样品对红外光的吸收程度不一致,故需凭经验适当调整样品的取样量,一般以所得光谱图中绝大多数吸收峰处于 10%-80%透光范围内最适宜,如果最强吸收峰透光率大于 30%说明取样量太少,如果最强吸收峰透光率接近 0%,且为平头峰,说明取样量太多,无论取样量过多还是过少,都会有可能导致某些相邻峰分不开的现象;制配好的 KBr 片应透明,与空气相比,透光率应在 75%以上。压片时,应先取样品研细后再加入 KBr 再次研细,这样比较容易混匀,研磨时应按同一方向均匀用力,如不按同一方向研磨,有可能在研磨过程中使样品产生转晶,从而影响测定结果,研磨力度不能太大,研磨至样品中不再有肉眼可见的小粒子即可,如果压片上出现不透明的小白点,刚说明研好的试样中有未研细的小粒子,应重新压片。

F3/Q6. 红外谱图中的波数 cm^{-1} 跟波长有什么样的关系？ 400cm^{-1} 相当于多少 nm ？

F3/A6. 波数是波长的例数， cm^{-1} 换算成 nm 的关系是 $10^7/\text{波数}$ ，所以 400cm^{-1} 相当于 25000nm

F3/Q5. 压片法测试样品基线倾斜。

F3/A5. 研磨不够，样品颗粒比较大造成。

F3/Q4. 没有液体池如何测试液体样品？

F3/A4. 如果是不容易挥发的液体，直接压 KBr 片，然后液体涂在片子上进行测试，也可以用 ATR 进行测试。

F3/Q3. 两张谱图如何判断是不是一种物质。

F3/A3. 要判断是否为同一物质需满足三个条件：峰的数目是否一致？峰的位置是否一致？峰之间的相对高度是否一致？如果峰的数目和位置一致但峰的相对高度不致，可以认为两种物质的组成一致，但某些成分的含量不一致。

F3/Q2. 盐酸盐样品测试时， KBr 压片与标准谱图有差别是什么原因？

F3/A2. 有可能 Cl 离子和 Br 离子发生离子交换造成，建议参考标准谱图测试条件，选择使用 KCl 进行压片测试。但是并非所有盐酸盐都用 KCl 来压片，应当注意在《药品红外光谱集》收集的红外光谱中也有部分盐酸盐采用 KBr 压片方法进行实验。

F3/Q1. 溴化钾压片，和标准谱图对照，差异较大。

F3/A1. 应该是由于样品量比较少造成不出峰，建议增大样品量，并且把测量范围改成 $380\sim 4000\text{cm}^{-1}$ 试试。

F2/Q5. 如何判断仪器是否正常？

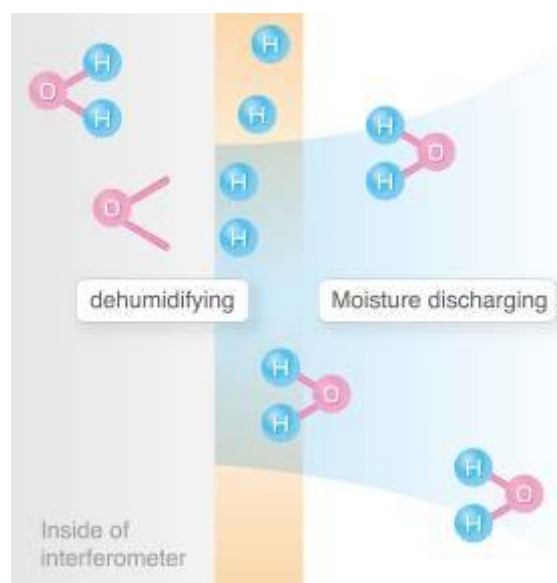
F2/A5. 使用聚苯乙烯薄膜片，点击文件菜单栏“测量”下面的“ASTM 有效性确认”和“日本药典有效性确认”，检查的项目包括：能量、波数准确性、透过率、波数重现性、透过率重现性等，一般每半年做一次或者感觉仪器不正常时做一下。

F2/Q4. 样品仓中看到的红色光斑是红外光吗？它有什么作用的？

F2/A4. 不是，红外光人眼是看不到的，样品仓中的红色光斑是激光，用于对干涉仪的干涉状态进行监测，如果干涉仪状态不佳会对其进行自动调整。

F2/Q3. 主机内部除湿装置的原理

F2/A3. IRPrestige-21 配备的除湿器利用半导体元件通入电流则温度下降，使空气中的湿气在冷却板上结露，吸附在特殊纤维上，并利用毛细管现象将其导至干涉仪外部的放热板，使其蒸发，以此进行快速除湿。



IRAffinity-1 通电高分子薄膜通过电解水后将其排出干涉仪。

IRAffinity-1 的自动除湿器和 **IRPrestige-21** 的效果是一样的

F2/Q2. ATR 附件测试信号弱。

F2/A2. ATR 附件测试时，光线穿透样品的深度只有几个微米，所以测试出来吸收值比较小，信号比较弱。但如果信号比正常的还低，请确认附件装在样品室时是否位置没对好？样品测试时样品跟晶体是否紧密接触？晶体是否有刮花或已经损坏？如果选择的附件是 **PIKE-MIRacle** 单次反射附件，除了固定附件的螺母外，附件两侧还有两个调整附件内部镜面角度的螺母，用户一定不要调整此处，否则会造成信号低，甚至无信号。

F2/Q1. 仪器与软件连接不上是什么原因？

F2/A1. 先检查仪器与电脑相连接的数据线是否松了？如果是重装了软件，先对仪器进行配置，点出“环境”--->“仪器参数选择”--->“仪器”选择相对应的仪器型号。如果在搬动仪器时没有固定动镜、定镜螺丝，直接移动了仪器，在初始化时失败，同时做不了背景及测试，提示“动镜错误”窗口，建议其对仪器进行粗细自动调节，调用 **default.ftir** 文件进行初始化，仍然报错的，报修请工程师进行仪器光路的调整。

F1/Q2. 打印报告中，“注释”项中文无法识别。

F1/A2. 打开对应模板，在模板中“注释”位置点右键，选择“编辑方式”，然后注释项内容可以选定，选择后右键选择“改变字体”，将原有字体修改为宋体等中文字体即可。

F1/Q1. 如何把红外谱图放到 word 里面？

可以直接编辑菜单里面复制，然后粘贴