

# 红外光谱法和单次衰减全反射附件快速测定层析馏分

## No.FTIR-016

**摘要：**层析是化合物剖析中常用到的一种分离技术，而红外光谱分析被广泛应用在化合物剖析分析中。本文介绍了使用红外光谱仪和单次衰减全反射附件，快速测定层析馏分的红外光谱图。

**关键词：**剖析 层析 红外光谱 衰减全反射

剖析，是指综合使用多种分离和分析方法对复杂化学品进行成分定性、定量和结构分析。对于有机混合物，常用的分离方式主要有萃取、溶解沉淀、层析等。层析是重要的分离技术。常用的层析方法有：吸附层析、离子交换层析、凝胶过滤、亲和层析、聚焦层析等。

红外光谱具有分析范围宽、不受样品形态限制、特征性强、分析时间短、样品用量少、制样技术简单、不破坏样品、实验室配置普及的特点，广泛应用于剖析各阶段和步骤中。测定层析所得到的样品的红外谱图，通常需要将流动相挥发后再收集剩余物进行测定，操作繁琐，且收集过程中也可能会造成样品的损失，而利用衰减全反射附件测定其红外光谱图，流动相的挥发和样品的测定一次完成。

### 原理

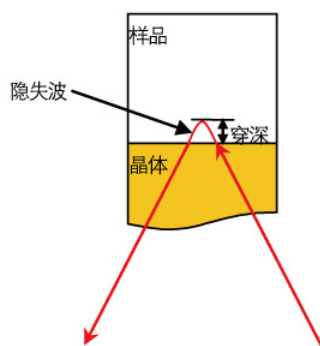


图1 衰减全反射吸收示意图

如图1所示，样品和衰减全反射附件的晶体紧密接触，当晶体的折射率大于样品折射率且入射角大于临界角时，红外光在晶体和样品的界面处发生全反射，此时，在晶体外表面附近产生驻波，称为隐失波（evanescent wave），隐失波能穿入样品数微米的深度，因此，隐失波衰减的能量包含样品的吸收信息。

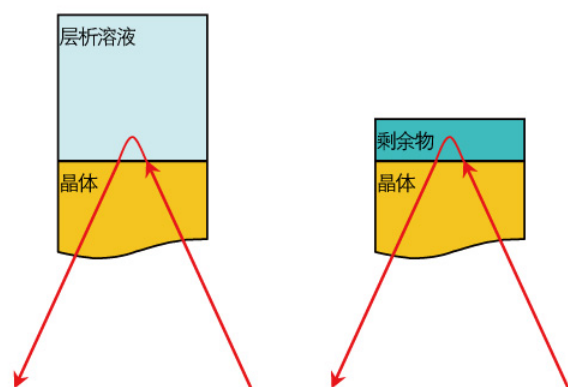


图2 衰减全反射测定层析样品  
 （溶剂挥发前，左；溶剂挥发后，右）

如图2所示，测定层析样品时，直接将层析馏分滴加到单次衰减全反射附件的晶体上，晶体直径为2mm，因此样品用量少；由于层析溶剂通常为有机试剂，比较容易挥发，利用红外光的热效应不但加快了溶剂挥发，而且不需要使用其他热源，使实验过程更加简单和安全。挥发后的剩余物逐渐沉积在晶体表面，测定得到剩余物的相应谱图。由于晶体表面积和红外光穿透深度都很小，故层析样品中的微量物质都可以方便测定。

## 仪器测定条件

仪器装置: Shimadzu IRPrestige-21;

IRSolution软件;

附件: MIRacleA 单次衰减全反射附件, ZnSe晶体

波长范围:  $4000 \sim 700 \text{ cm}^{-1}$

分辨率:  $8 \text{ cm}^{-1}$

扫描次数: 20

切趾函数: Happ-Genzel

检测器: DLATGS

## 测定结果

样品为成品油以及经甲醇层析和石油醚层析处理后所得的产物, 需要确定层析样品中是否含有酰胺和羧酸。采用如前所述的方法分别测定其剩余物的红外光谱图。

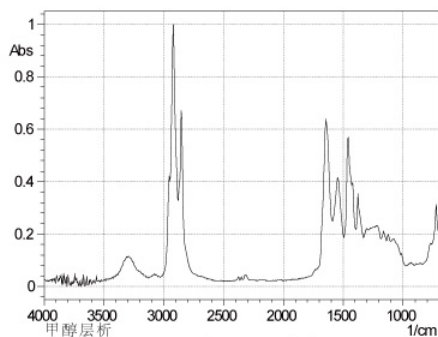


图4 甲醇层析剩余物

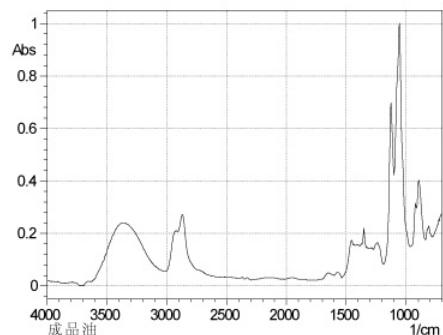


图3 成品油剩余物

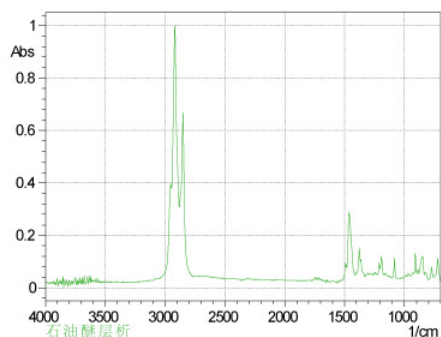


图5 石油醚层析剩余物

其中, 在甲醇层析剩余物的红外谱图中,  $1643 \text{ cm}^{-1}$ 、 $1545 \text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰分别对应于酰胺 I 带和酰胺 II 带,  $3292 \text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰对应为N-H伸缩振动, 因此确定原样品中含有酰胺; 在石油醚层析剩余物的红外谱图中,  $3000 \text{ cm}^{-1}$ 、 $1460 \text{ cm}^{-1}$ 、 $720 \text{ cm}^{-1}$ 均为长链饱和烃类物质的特征, 说明剩余物的主体为饱和和烃类物质。

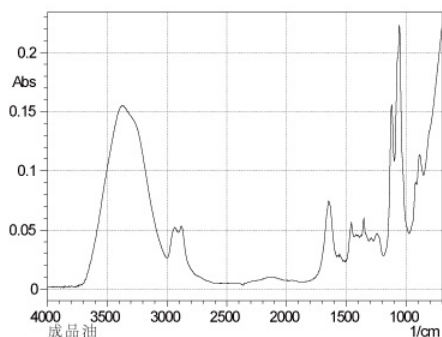


图6 成品油红外谱图

成品油的红外谱图, 与对照干燥前的谱图相比, 剩余物谱图中 $3375 \text{ cm}^{-1}$ 和 $1645 \text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰强度明显减弱, 推测成品油中可能含有水。在所有的谱图中, 均未发现羧酸的特征吸收峰, 故样品中不含羧酸。

## 结论

使用红外光谱仪和衰减全反射附件可以一次性完成层析所用流动相的挥发和样品的测定, 样品用量少, 溶液中微量的样品也可方便测定, 且整个过程简单安全。类似地, 含有可挥发性溶剂的溶液也可以用此方法对挥发剩余物进行测定。