

IRXross 透射法和衰减全反射法对接枝聚乙烯材料表征的异同研究

FTIR-082

摘要： 本文使用红外光谱仪 IRXross 不同的方法测试了马来酸酐接枝聚乙烯的共聚物，实验结果发现，马来酸酐接枝率较低的聚丙烯，衰减全反射（ATR）法所得谱图由于入射光的穿透深度较浅，只能测试物质表面信息。而透射法所得谱图则可明显分辨，故在测试表征共聚物中较低含量的化合物或结构时，透射法优先于 ATR 法。同时，红外谱图解析可以帮助判断反应的进程。

关键词： 傅立叶变换红外光谱法 红外附件 接枝材料 表征

聚乙烯，具有一系列优良的物理机械性能，在很多领域广泛应用，是目前量产最大、成本低廉的通用高分子塑料。但是由于其分子链的非极性结构，聚乙烯与无机填料之间缺少亲和性，与其他极性聚合物之间的相容性差，导致聚乙烯填充物和共混物的性能较差。而在聚乙烯分子链上接枝马来酸酐可以改善聚乙烯的上述不足，赋予其更好的粘接性、染色性能。接枝率的高低可以反应马来酸酐单体在聚乙烯大分子链上键合的程度。红外光谱法是表征高分子单体及共聚物的最简单的方法之一。

红外光谱法是根据化合物在红外光照射下的振动能级的跃迁，在相应的波数产生红外吸收，从而对化合物进行定性及定量分析的一种方法。该方法方便快捷，可兼容多种附件用不同的方法如透射法、衰减全

反射（ATR）法、漫反射法、镜反射法等测试气态、固态及液态样品。

ATR 法无需特别制样，可以直接测试固体、液体等，可以对少量及大尺寸样品无损测试，由于这些优势，ATR 成为近年来红外光谱仪最常用的附件，但由于其穿透深度较低，对于一些低含量的检测，灵敏度略显不足。压片法是传统的红外透过制样法，压片质量的好坏直接关系分析结果的准确性，对人员的熟悉度要求较高，越来越多的实验人员不再选择稍显繁琐的压片制样过程。但是压片法能表征低含量的目标化合物的高灵敏优势不容小觑。各种附件都有优势和不足，在分析测试时，不同的附件相互配合，各尽其能，充分发挥各自的优势。本文使用红外光谱仪 IRXross 配合 ATR 及压片机测试了马来酸酐接枝聚乙烯的红外光谱。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津傅立叶变换红外光谱仪 IRXross；衰减全反射（ATR）附件；压片机



图1 IRXross



图2 衰减全反射附件（ATR）

1.2 测试条件

测试条件见表 1。

表 1 测试条件

项目	透射法	ATR 法
波数范围	4000~400 cm^{-1}	4000~650 cm^{-1}
晶体	--	金刚石
分辨率	4 cm^{-1}	4 cm^{-1}
扫描次数	20	20
检测器	DLATGS	DLATGS

1.3 样品

聚乙烯颗粒。



图 3 样品照片

1.4 样品前处理

ATR 法：将样品切成薄片，放置在 ATR 晶体上，旋紧压杆，使得样品与晶体接触紧密，直接测试；
透射法：切取少量样品，放在压片模具中，直接压制成薄片，在透过样品支架上固定，直接测试。

■ 结果与讨论

2.1 红外衰减全反射法（ATR 法）和透射法测试接枝前后的聚乙烯颗粒

衰减全反射法（ATR 法），红外光穿透 ATR 晶体到达样品表面，随即发生全反射，红外光携带的样品表面信息，被检测器检测。透射法，红外光直接穿透样品，携带的样品全部红外吸收信息，被检测器检测。从聚乙烯的红外谱图上可以看到，ATR 法，谱图峰形尖锐，分辨率好，但是峰数目较少，中低强度吸收峰无法检出，灵敏度较低。透射法，在 2900cm^{-1} 附件出现饱和吸收，但是由于能量较强，样品中的中低吸收强度的峰 916cm^{-1} 、 1060cm^{-1} 、 1712cm^{-1} 及 1790cm^{-1} 也能明显分辨，峰数目及强度优于 ATR 法。

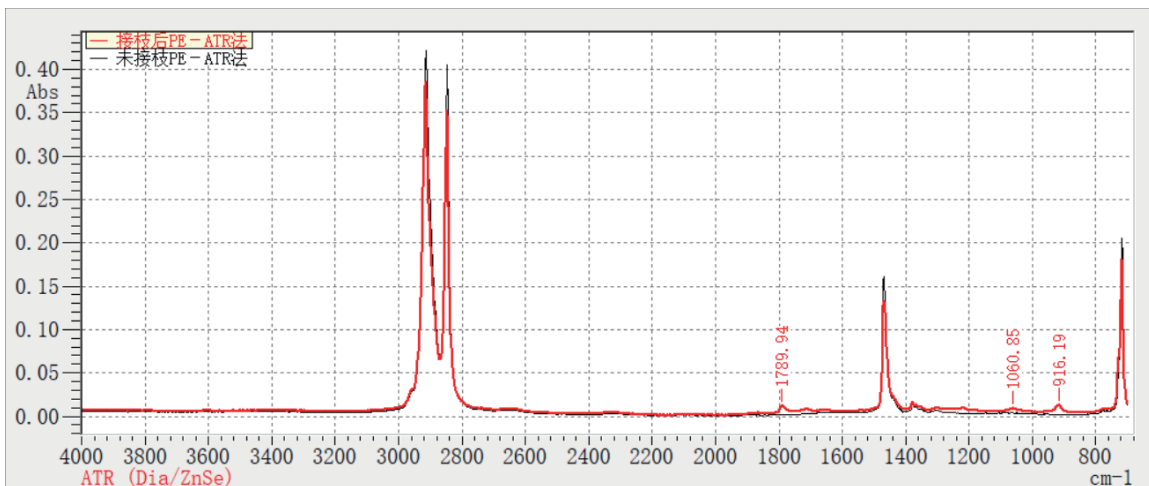


图4 ATR法测试接枝前后聚乙烯的红外光谱图

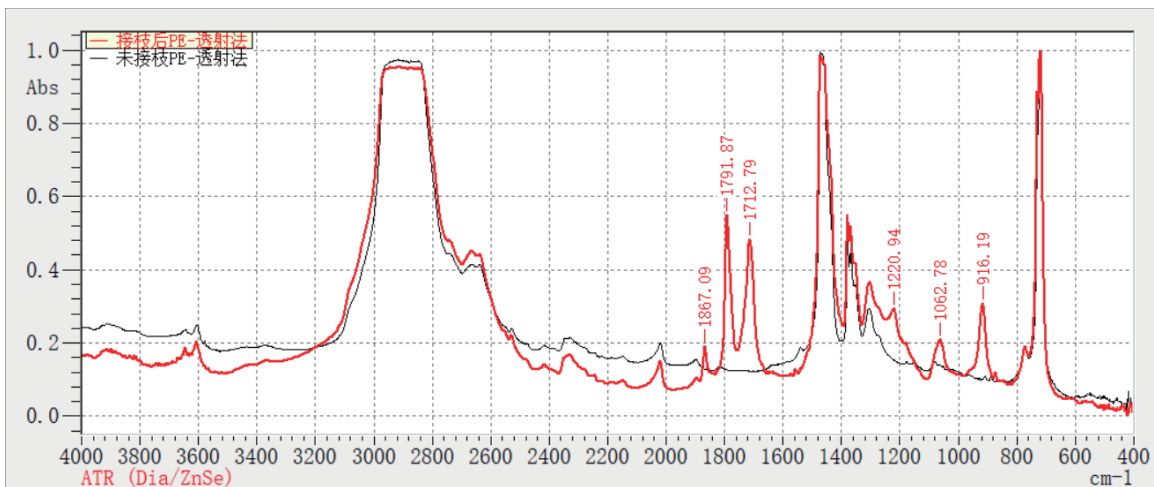


图5 透射法测试接枝前后聚乙烯的红外光谱图

2.2 接枝聚乙烯的红外光谱分析

样品是聚乙烯的接枝产物还是聚乙烯与马来酸酐原料的混合物，可以通过分析红外光谱的吸收峰位置来做确认判断。图5中， 1867 cm^{-1} 和 1791 cm^{-1} 处各出现一个特征峰，这是五元环酸酐的吸收峰，此二峰不存在于聚乙烯的红外吸收谱图中。另外，原料马来酸酐的共轭吸收峰应该在 $1580\sim 1669\text{ cm}^{-1}$ 之间，而图6中该区域并未出现吸收峰，说明样品中已经不存在马来酸酐单体，因此可以推断，此产品为聚乙烯和马来酸酐的接枝共聚物。

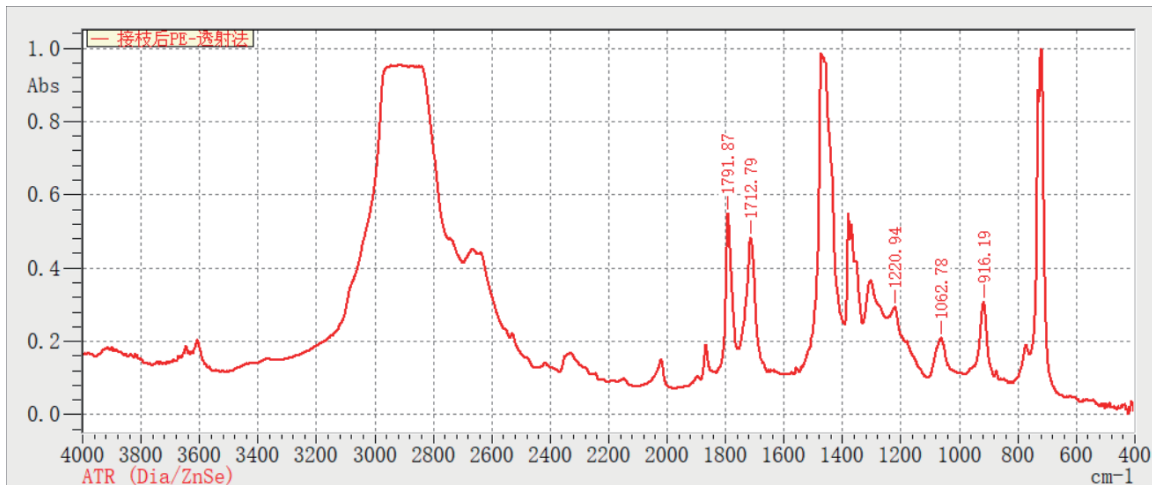


图6 马来酸酐接枝聚乙烯的红外光谱图

■ 结论

本文使用红外光谱仪器不同的方法测试了马来酸酐接枝聚乙烯的共聚物，实验结果发现，对于马来酸酐接枝率较低的聚丙烯，衰减全反射（ATR）法所得谱图由于入射光的穿透深度较低，只能测试物质表面信息，马来酸酐结构中五元环酸酐的特征吸收强度较低，无法准确判断。而透射法所得谱图则可明显分辨，故在测试表征共聚物中较低含量的化合物或结构时，透射法优先于 ATR 法。同时红外光谱法所得谱图，其吸收峰位置可以推断被测试样品的分子结构，可以帮助判断反应进行的程度。

岛津应用云

