

Application News

No. A542

光吸收分析

KBr 片剂成型用简易 KBr 板 使用 KBr Cuttings 进行的汽车异物分析

KBr 压片法是一种主要用于测量固体样品的方法。该方法利用了碱性卤化物的可塑性，并且在受压时会变成透明片的性质。片剂成型最常用的碱性卤化物为溴化钾 (KBr)，但偶尔也会用到氯化钾 (KCl) 和碘化铯 (CsI)。传统方法是用玛瑙研钵分别将 KBr 和测量样品粉碎，然后以适当的浓度配比混合加压压片。但相较于结晶状态，粉末 KBr 更易吸湿，并且可能会混入来自乳钵的污染物。此外，压片操作时，分析人员的劳动强度很大，浓度调整也需要较长的时间。

而使用 KBr Cuttings 没有繁琐的捣碎 KBr 过程，无需使用玛瑙研钵与样品进行混合研磨。KBr Cuttings 是将 KBr 结晶切断后的薄片。仅需将欲测量的样品夹在 2 张 KBr 板之间，设置在压片成型机上进行加压，便可制成良好的 KBr 压片。使用 KBr Cuttings 时，应使用透射法进行测定。相较于反射法和 ATR 法，透射法具有灵敏度高，信噪比好等优点。

Application News No.A536 中介绍了 KBr Cuttings 的使用步骤以及进行药物鉴别试验的分析例 1)。本文将为大家介绍使用 KBr Cuttings 进行的汽车异物分析例。

R. Fujii

■ 所使用的 KBr Cuttings

材质: KBr

形状: $3 \times 3 \times 0.75$ mm



图 1 KBr Cuttings

KBr Cuttings 的产品照片如图 1 所示。KBr Cuttings 的形状尺寸为 $3 \times 3 \times 0.75$ mm 或 $5 \times 5 \times 1$ mm。

■ 汽车异物分析

我们使用 KBr Cuttings 对在车身生产线上发现的黑色异物进行了测量。异物的实体显微镜图像如图 2 所示。使用的分析设备为傅里叶变换红外分光光度计 IRAffinity-1S，如图 3 所示。

按图 4 所示的方法，采用通用夹持器固定制作的 KBr 压片，并设置在暗盒中。测量条件如表 1 所示，测量结果如图 5 所示。

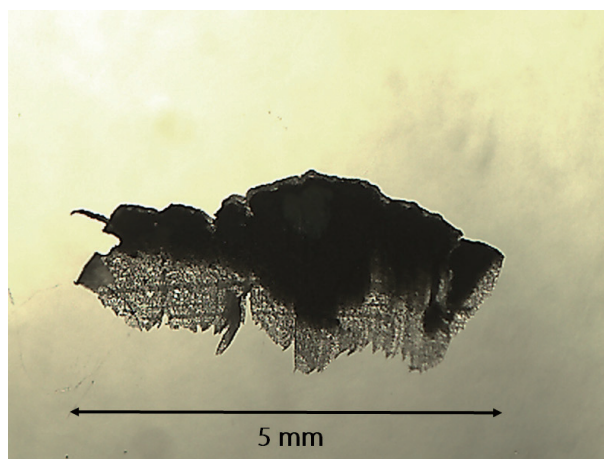


图 2 异物的实体显微镜图像



图 3 傅里叶变换红外分光光度计 IRAffinity-1S

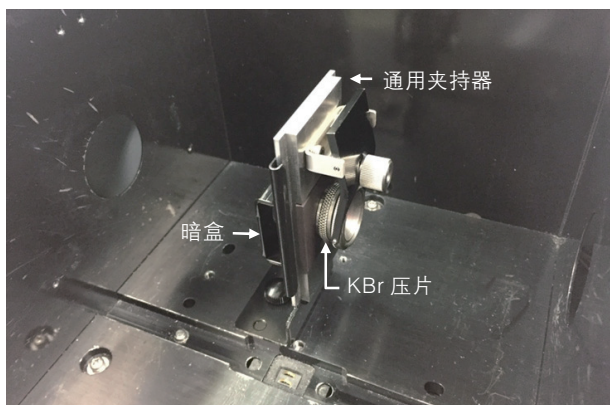


图 4 设置 KBr 压片时的情况

表 1 测量条件

装置	: IRAffinity-1S
分解	: 4 cm^{-1}
累积次数	: 40 次
切趾函数	: Happ-Genzel
检测器	: DLATGS

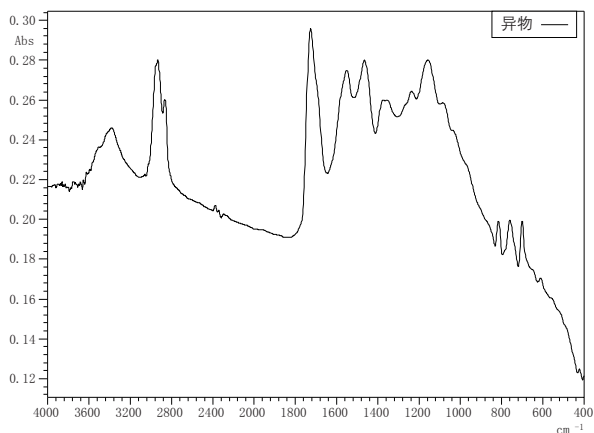


图 5 测量结果

在图 5 的测量结果中，于 1750 cm^{-1} 附近检测出了强烈的源于 C=O 键的波峰。除此之外，于 2800 cm^{-1} 附近检测出了 C-H 键、于 1500 cm^{-1} 附近检测出了酰胺键的波峰等。

测量结果的解析

使用标配的 12,000 谱库，对异物进行了解析。解析结果如图 6 所示。

根据检索结果，表明了异物为丙烯酸类粘合剂同三聚氰胺的混合物。三聚氰胺有可能是树脂涂料中的成分，由此推测异物为车身的涂膜片。

使用 KBr Cuttings 进行测量时，无需像以往的 KBr 压片法那样分别将 KBr 和测量样品置于玛瑙研钵中粉碎并以适当的浓度混合。通过使用 KBr Cuttings 进行得 FTIR 主机透射法，可以非常简便地完成异物分析。

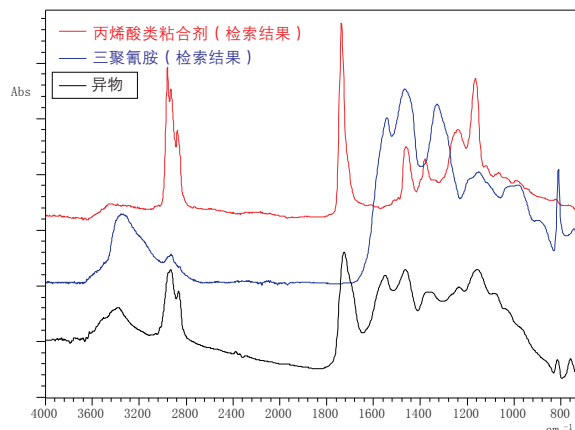


图 6 解析结果

总结

本文介绍了使用 KBr Cuttings 进行的汽车异物分析例。和以往的 KBr 压片法不同，该法可以轻松简单地进行样品测量。此外，KBr 压片不仅可用于 FTIR 主机，还能设置在红外显微镜的载物台上。

参考文献

1) Application News No.A536

“供 KBr 片剂成型使用的简易 KBr 板 KBr Cuttings 的介绍”



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2017 年 8 月