

包装材料红外光谱测定法

Baozhuangcailiao Hongwaiguangpu Cedingfa

The Test Method for Infrared Spectrum in Packaging Material

红外光谱测定法是鉴别和分析物质化学结构的有效手段。化合物受红外辐射照射后，使分子的振动和转动运动由较低能级向较高能级跃迁，从而导致对特定频率红外辐射的选择性吸收，形成特征性很强的红外吸收光谱。以中红外区（ $4000\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ）为常用区域。

包装材料的红外光谱测定技术：包括检测方法和制样技术。

检测方法有透射和衰减全反射（ATR）等。

透射是指通过测定透过样品前后的红外光强度变化，得到红外透射光谱。衰减全反射是指红外光以一定的入射角度通过 ATR 晶体后，在与晶体紧贴的样品表面经过多次反射而得到反射光谱图，可分为单点衰减全反射和平面衰减全反射。

制样技术有热敷法、薄膜法、热裂解法、衰减全反射法、显微红外法等。

仪器校正：

用聚苯乙烯薄膜（厚度约为 0.05 mm ）校正仪器，绘制其光谱图，用 3027 cm^{-1} 、 2851 cm^{-1} 、 1601 cm^{-1} 、 1028 cm^{-1} 、 907 cm^{-1} 处的吸收峰对仪器的波数进行校正。傅立叶变换红外光谱仪 3000 cm^{-1} 附近的波数误差应不大于 $\pm 5\text{ cm}^{-1}$ ，在 1000 cm^{-1} 附近的波数误差应不大于 $\pm 1\text{ cm}^{-1}$ 。

用聚苯乙烯薄膜校正时，仪器的分辨率在 $3110\sim 2850\text{ cm}^{-1}$ 范围内应能清晰分辨出 7 个峰，峰 2851 cm^{-1} 与谷 2870 cm^{-1} 之间的分辨深度不小于 18%透光率，峰 1583 cm^{-1} 与谷 1589 cm^{-1} 之间的分辨率深度不小于 12%透光率。仪器的标称分辨率，除另有规定外，应不低于 2 cm^{-1} 。

环境条件：

温度应在 $15\sim 30^\circ\text{C}$ ，相对湿度应小于 65%。适当通风换气，以避免积聚过量的二氧化碳和有机溶剂蒸汽。

测定法

第一法 热敷法

本法适用于粒料、塑料瓶、单层薄膜的红外光谱测定。

将溴化钾晶片或氯化钠晶片在酒精灯或控温电炉（温度接近材料熔点）上加热，趁热将样品轻擦于热溴化钾晶片或氯化钠晶片上（以不冒烟为宜），通过透射绘制光谱。

第二法 薄膜法

本法适用于粒料、塑料瓶、单层薄膜的红外光谱测定。

取样品约 0.25 g （可剪切成小碎块），加适宜的溶剂[如聚乙烯（PE）、聚丙烯（PP）、乙烯与醋酸乙烯共聚物（EVA）可用甲苯；聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）可用 1,1,2,2-四氯乙烷；聚碳酸酯（PC）可用二氯乙烷]约 10 ml ，高温回流使样品溶解，用毛细管趁热将回流液涂在溴化钾晶片或氯化钠晶片上，加热挥去溶剂后，通过透射绘制光谱。

第三法 热裂解法

本法适用于橡胶产品的红外光谱测定。

取样品约 3 g 切成小块，用丙酮或适宜的溶剂抽提 8 小时后，在 80°C 烘干，取 $0.1\sim 0.2\text{ g}$ 置于玻璃试管的底部，然后用试管夹水平地将玻璃试管移到酒精灯上加热，当出现裂解产物冷凝在玻

璃试管冷端时，用毛细管取裂解物涂在溴化钾晶片或氯化钠晶片上，立刻通过透射绘制光谱。

第四法 衰减全反射法（ATR 法）

本法适用于粒料、塑料瓶、薄膜、硬片、橡胶产品的红外光谱测定。

取表面清洁平整的样品适量，将其紧压在ATR附件所使用的晶片[硒化锌（ZnSe）等]上，通过反射直接绘制光谱。

第五法 显微红外法

本法适用于多层膜、袋、硬片的红外光谱测定。

用切片器将样品切成厚度适宜（小于50 μm ）的薄片，置于显微红外仪上观察样品横截面，选择所需检测的区域，通过透射绘制光谱。