

用傅立叶变换拉曼光谱法测定乙醇浓度

张洪波¹, 宿德志², 何焰蓝²

(1. 国防科学技术大学 光电科学与工程学院, 湖南 长沙 410073;

2. 国防科学技术大学 理学院, 湖南 长沙 410073)

摘要: 激光拉曼光谱可以迅速准确的分析混合溶液的成分及比例, 为溶液浓度检测提供了一种新的方法. 以乙醇溶液为例, 研究用拉曼光谱法分析溶液的浓度.

关键词: 傅立叶变换拉曼光谱; 乙醇; 浓度分析

中图分类号: O657.37

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(2007)03-0190-04

较之以前的溶液浓度分析方法^[1], 拉曼光谱法具有其优势. 该方法最大的特点就是操作简单, 并且稳定性高. 根据激光拉曼光谱的原理^[2], 该方法不需要对样品进行物理和化学上的制备或反应, 对样品原形状没有破坏性, 分析过的样品可以再次用来检测. 另外, 可同时检测几种物质成分, 操作简单, 样品不易被污染, 因此应用前景广阔. 此外, 这种方法采用光学方法进行化学分析, 思路比较新, 对一般的溶液浓度检测及溶液成分分析具有一定的指导意义.

1 实验

1.1 仪器

傅立叶变换拉曼光谱仪(Nicolet 5700 FT-IR + NXR Raman Accessory, 美国热电尼高公司生产). 激发源: LD: YVO₄ 固体激光器, 功率: 0.1~2.0 W. 光谱范围(Raman Shift): 100~3 701 cm⁻¹. 探测器: TEC InGaAs. 光谱分辨率: 8 cm⁻¹. 扫描次数: 64.

1.2 试剂

无水分析乙醇(天津市大茂化学试剂厂生产), 一次去离子水(用纯净水进行提纯).

1.3 实验步骤

首先配置乙醇溶液. 将分析乙醇和一次去离子水样品按不同比例混合, 乙醇的浓度分别为 0%、25%、50%、75% 和 100%. 将配好的溶液装到样品

瓶中以备检测. 试剂配置过程中尽量避免杂质混入. 利用激光拉曼光谱仪记录样品的拉曼光谱. 将样品瓶放在样品待测处, 调整瓶的位置, 使激光光线正射入样品瓶. 实验中, 激发源功率设置为 1 W.

2 实验结果及分析

2.1 不同比例乙醇溶液的拉曼光谱

不同比例乙醇溶液的拉曼光谱如图 1~ 图 5 所示. 乙醇有 8 个典型的特征峰^[3]: 峰 2(2 969.2 cm⁻¹) 为非对称 CH 伸缩. 峰 3(2 924.0 cm⁻¹) 为非对称 CH₂ 伸缩. 峰 4(2 873.4 cm⁻¹) 为 CH₃ 伸缩. 峰 5(1 411.7 cm⁻¹) 为 CH₃ 反对称形变. 峰 6(1 237.7 cm⁻¹) 为乙醇分子 CH₂ 形变. 峰 7(1 050.8 cm⁻¹) 为 CCO 骨架剪式摇摆. 峰 8(1 006.6 cm⁻¹) 为 CO 伸缩. 峰 9(840.4 cm⁻¹) 为对称 CCO 骨架伸缩. 另外峰 1(3 312.3 cm⁻¹ 左右) 是一个峰宽很大的 OH 伸缩, 它是水的唯一响应峰. 不同浓度的乙醇溶液的拉曼光谱各峰的形状相似, 只是峰的强度不同.

2.2 光谱特征峰强度与乙醇浓度的关系

由实验结果可以看出, 乙醇各特征峰的强度随着乙醇浓度的降低而迅速下降. 从图中能明显看出对于不同浓度的乙醇溶液的拉曼光谱仅仅是乙醇和水各自光谱的叠加. 由于水除在 3 312.3 cm⁻¹ 左右存在一峰区外, 其他波数区无明显的拉曼光谱响应, 因此选择靠近该峰区的乙醇的特征峰作为研究对象

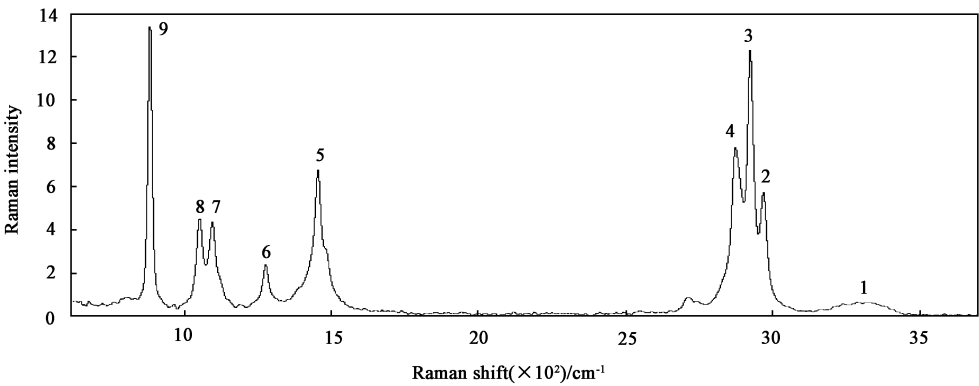


图 1 浓度 100%乙醇(分析纯)的拉曼光谱
Fig. 1 Raman spectra of the liquor(Consistence: 100 %)

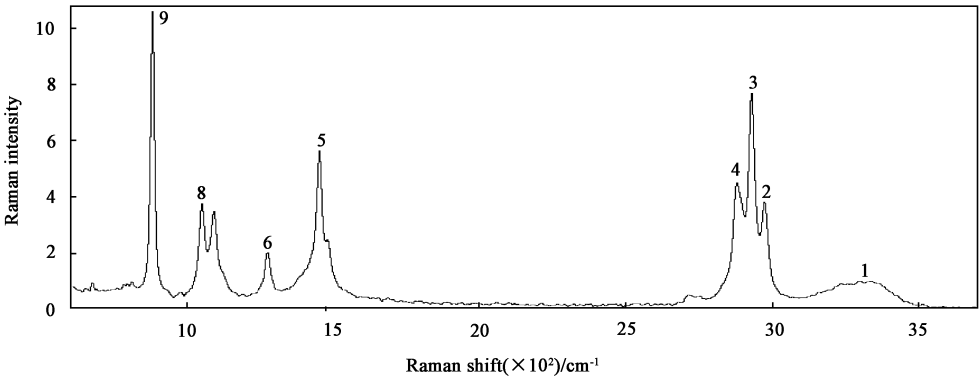


图 2 浓度 75%乙醇的拉曼光谱
Fig. 2 Raman spectra of the liquor(Consistence: 75 %)

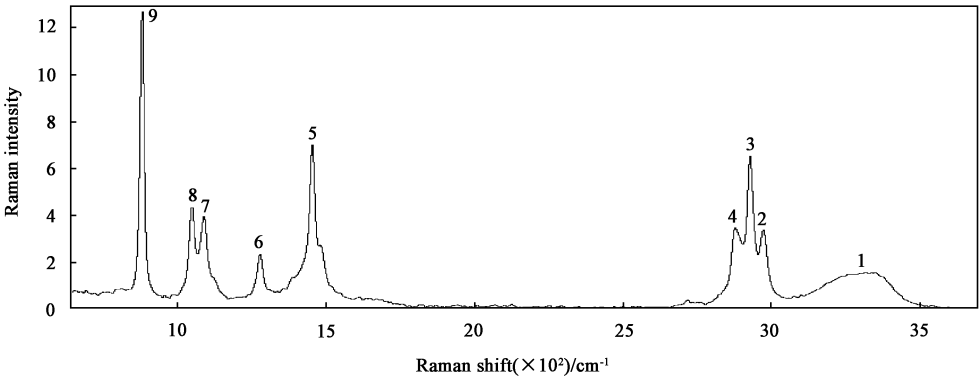


图 3 浓度 50%乙醇的拉曼光谱
Fig. 3 Raman spectra of the liquor(Consistence: 50 %)

最为合适. 明显可以看出 2 969. 2 cm^{-1} , 2 924. 0 cm^{-1} , 2 873. 4 cm^{-1} 3 个峰的强度随乙醇浓度的变化而呈一致的线性变化, 因此可以用 2 969. 2 cm^{-1} 和 2 873. 4 cm^{-1} 2 个峰的相对强度关系作为检测乙醇浓度关系的依据.

乙醇溶液的浓度可以很好的用其峰 4 和峰 2 的相对强度来定量的表征. 这说明用该方法获得的实验结果同样具有较高的精确度.

2. 3 实验稳定性分析

实验重复进行五次, 峰 4 相对峰 2 强度的波动情况见表 2.

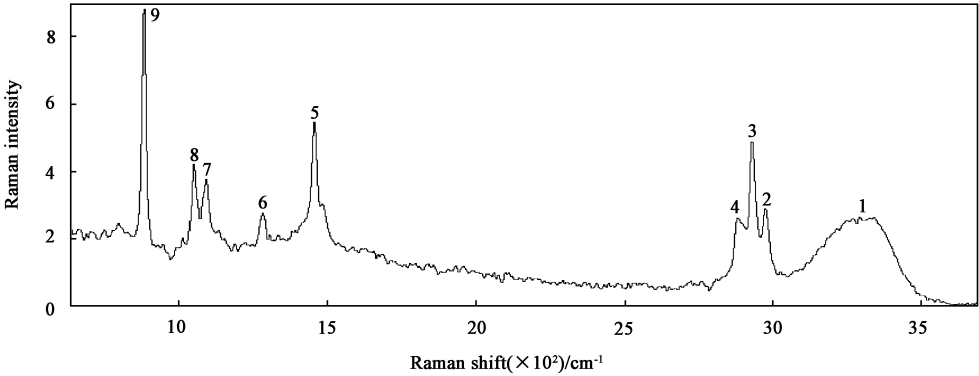


图 4 浓度 25%乙醇的拉曼光谱

Fig. 4 Raman spectra of the liquor(Consistence: 25%)

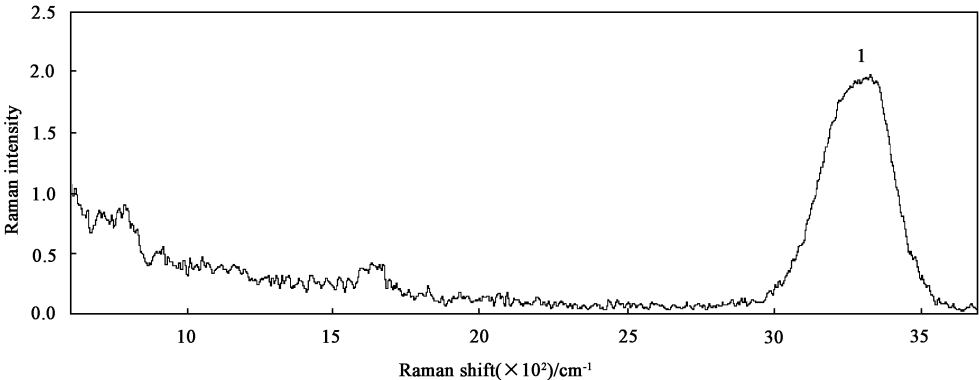


图 5 水(一次去离子水)的拉曼光谱

Fig. 5 Raman spectra of the water

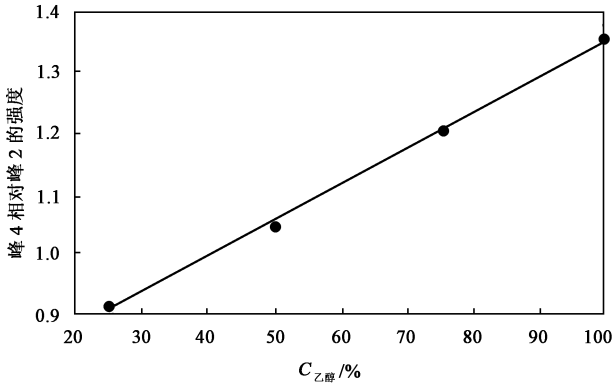


图 6 乙醇溶液浓度与特征峰相对强度关系

Fig.6 Relation of the consistence and the relative intensity of characteristic hump

表 1 乙醇浓度与特征峰相对强度关系

Table 1 Relation of the consistence and the relative intensity of characteristic hump

乙醇溶液浓度/ %	峰 4 相对峰 2 强度
0	—
25	0.914 8
50	1.037 0
75	1.193 6
100	1.354 7

表 2 特征峰相对强度的稳定性

Table 2 The stability of the relative intensity of characteristic hump

乙醇溶液浓度/ %	峰 4 相对峰 2 强度值的最大波动幅度
0	—
25	0.000 12
50	0.000 14
75	0.000 15
100	0.000 10

由表 2 可见, 拉曼光谱检测溶液浓具有相当高的稳定性. 因此, 在外界条件相对稳定的情况下, 用该方法对溶液浓度进行检测, 只须进行一次便可.

2.4 总结

从上面实验分析可以得出通过拉曼光谱检测溶

液浓度简单易行,并且有一定的精确度.本实验仅仅从简单的乙醇溶液出发,探讨拉曼光谱法检测溶液浓度的可行性及一般方法.该方法对检测相对复杂的混合溶液各成分浓度具有一定的帮助.另外,本文也可对酒精浓度的检测提供一些借鉴.

参考文献:

[1] W Fresenius, K E Quentin, W Schneider. 水质分析

水的物理化学、化学及微生物检验和质量控实用指南[M]. 张曼平, 陆贤昆等译. 北京: 北京大学出版社, 1991.

[2] 郑顺旋. 激光拉曼光谱学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1985.

[3] 邹晗, 郑晓燕, 潘玉莲. 乙醇和甲醇混合溶液的拉曼光谱法研究[J]. 大学物理实验, 2005, 12(4): 16.

A Research on Fourier Transform Raman Spectroscopy of Mixed Liquor of C₂H₅OH

ZHANG Hong-bo¹, SU De zhi², HE Yarr lan²

(1. College of Optoelectronic Science and Engineering,

National University of Defense Technology, Changsha 410073, China;

2. College of Science, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: The raman spectroscopy can analyze all kind of mixed liquor and their proportion accurately and quickly, which provides a new way to test the consistence of mixed liquor. Take C₂H₅OH liquor as an example to research how to test the consistence of mixed liquor with fourier transform raman spectroscopy.

Key words: fourier transform; raman spectroscopy; consistence analysis

Classifying number: O657.37