

原位漫反射红外光谱仪

一、仪器照片



二、仪器设备概况

主要配置

原位漫反射红外光谱的实验系统由漫反射附件、原位池、真空系统、气源、净化与压力装置，加热与温度控制装置、FTIR 光谱仪组成。

性能参数

1. 分辨率: 0.4 cm^{-1}
2. 信噪比: 40,000:1 (1 分钟测试)
3. 光谱范围: $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$
4. 波数精度: 优于 0.01 cm^{-1}
5. 漫反射附件: 全镀金原位漫反射附件, 收集效率高
6. 高灵敏度探测器: 液氮冷却的 MCT 检测器
5. 原位池温度: 室温- 500°C , 真空: 10^{-2} Pa

应用范围

原位漫反射红外光谱仪可以直接对催化剂表面的吸附态物种给出红外信号,可方便地跟踪鉴定反应中间态和产物,从而为催化反应体系反应机理的考察给出直接的证据。本仪器主要用于多相催化的表征和催化反应的研究,如催化剂表面羟基的鉴别、催化剂表面物种吸附态研究、催化剂表面酸碱性的表征。

面向学科: 化工、材料

联系人: 薛冰

联系电话: 13584372755

三、仪器设备使用说明及操作规程

1、开机准备

- (1) 用品: 将实验用的制样工具(坩埚、药匙、镊子、玛瑙研钵等)准备完毕。
- (2) 制样: 取少量实验样品加入到研钵中,充分研磨。坩埚称重调零,用镊子取出,填入适量研磨样品且最后确保样品表面平整,电子天秤称重,记录样品质量。
- (3) 连接: 取出红外光谱仪内变色硅胶放入 100℃ 烘箱干燥处理,安装原位池。将含样品坩埚放入加热槽,拧紧 KBr 盐窗。连接循环水管,打开水阀调整适当流量。连接加热装置及抽真空系统装置(真空前阀与工位阀处接口相连,真空后阀与玻璃管处接口相连。抽真空之前,吸附前后阀、真空前后阀均处关闭状态)。
- (4) 环境气体: 打开氮气瓶总阀,观察进气表(高压)压力,如压力不足应及时更换气瓶以保证实验顺利进行。调整减压阀使出气表(低压)压力保持在 0.2MPa。转子流量计处于关闭状态。

2、开机操作

- (1) 开启稳压电源。
- (2) 依次开启旁抽阀、工位阀、电源、机械泵、复合真空计。待真空计出现读数,打开真空前阀、真空后阀。继续抽真空,记录最后稳定下的压强并与上次实验压强数据对比,以检查管路气密性是否良好。
- (3) 打开加热控制器,设置升温速率(一般为 10℃/min)、终温活化温度(一般为 400℃)。且在 400℃下继续保持 6h。
- (4) 设置终温为 200℃,连接环境气体管道。打开转子流量计,设置流速为 0.1ml/min。最终 200℃下保持 10min。
- (5) 打开傅利叶红外光谱仪,观察光谱仪右上角指示灯情况。正常初始开机状态下,前两排指示灯显示为绿色,最后一排指示灯显示为红色(如前两排指示灯显示为红色,则应在实验结束后及时更换仪器内部分子筛。)。打开光谱仪左侧液氮进口盖子,插入漏斗,灌入液氮直至液氮溢出,此时光谱仪右上角最后一排指示灯由红色变为绿色。
- (6) 200℃下 10min 后,双击电脑桌面 OPUS 图标打开软件,打开 Measurement 对话框点击 Advanced,在 Load 选项中设置文件名和保存路径参数。随后点击 Check Signal 选项,扫描检测信号,待空白区域出现十字信号后点击对话框左侧 Save Peak Position。点击 Basic 选项,待电脑右下角显示准备就绪后,点击 Background Single Channel。待扫描进度显示 100%后,点击 Background 选项,选择保存背景。此时 opus 软件区域内显示当前扫描背景图。
- (7) 设置终温调至 off 位置,连通吡啶吹扫装置(吡啶瓶出口与吸附前阀相连、尾气瓶与吸附后阀相连)。待温度降至 50℃,依次关闭真空前阀、真空后阀。打开转子流量计,设置流速为 0.1ml/min。将吡啶进气管插入吡啶瓶液面以下,大量气泡冒出。打开吸附前阀约 10~20 sec,吡啶瓶内冒泡速度逐渐减慢,打开吸附后阀,同时将尾气瓶瓶口处

导气管插入水面以下，立即有气泡冒出。（如吡啶瓶与尾气瓶内均无气泡冒出，刚立即关闭吸附后阀、吸附前阀。拆除吡啶吹扫装置，用洗耳球及时吹出管内倒吸的吡啶和水，或更换导气管。）开始计时，在额定风速下进行吡啶鼓泡 5min。随后将尾气瓶及吡啶瓶内导气管拨出液面，关闭吸附后阀、吸附前阀，关闭转子流量计。

- (8) 打开真空前阀，再次抽真空处理。待复合真空计读数基本稳定，打开真空后阀。开始加热，设置终温为 200℃。连接氮气环境装置，打开转子流量计，设置流速为 0.1ml/min。待终温升至 200℃后保持 10 min。
- (9) 进入红外软件操作界面，打开 Measurement 对话框点击 Advanced，在 Load 选项中设置文件名和保存路径参数。点击 Background 选项，将之前的扫描背景直接鼠标拖入对话框中，选择调用背景。点击 Check Signal 选项，扫描检测信号，待空白区域出现十字信号后点击对话框左侧 Save Peak Position。点击 Basic 选项，待电脑右下角显示准备就绪时，点击 Sample Single Channel。扫描进度显示完成，光谱软件操作区域内即显示当前扫描吡啶红外样品图。勾选样品图谱 S SC 处，点击平滑图标，选择相应平滑点数，对图谱进行适当平滑处理。

3、关机操作

- (1) 加热装置终温调到 off 状态。关闭红外光谱仪。关闭氮气瓶总阀、减压阀。关闭真空系统工位阀、旁抽阀、复合真空计、机械泵、电源。
- (2) 待温度降至室温，关闭加热控制器。关闭循环水、拆除循环水装置。打开吸附前阀，平衡管内气压，拆除抽真空系统装置。
- (3) 拧开盐窗，洗耳球吹扫后装入指定自封袋放入干燥器保存。用镊子取出坩埚。
- (4) 保存处理谱图，关闭软件。关电脑、关稳压电源。
- (5) 坩埚、研钵用水清洗干净。其它制样工具用纸擦拭干净，放入工具箱。取出烘箱干燥后的变色硅胶，冷至室温后放入光谱仪内。
- (6) 清理实验台面，打扫实验室卫生。

4、注意事项

- (1) 机器运行过程中，确保循环水处于开启状态。
- (2) 扫描图谱时，确保光谱仪右上角指示灯显示正常。
- (3) 确保实验室内除湿机长期正常工作。
- (4) 确保实验内液氮充足，以备下次使用。
- (4) 只可用指定优盘格式化后拷贝数据。