

氧化石墨烯材料 傅立叶变换红外光谱的测定

Graphene oxide material—Determination of fourier infrared spectrum

2022-10-23 发布

2022-11-23 实施

江苏省市场监督管理局	发布
中国标准出版社	出版

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由江苏省石墨烯检测标准化技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：江苏省特种设备安全监督检验研究院[国家石墨烯产品质量检验检测中心（江苏）]、江苏华永烯科技有限公司、江南大学、河南煜和科技集团有限公司、无锡华鑫检测技术有限公司、中国矿业大学、烯源科技无锡有限公司。

本文件起草人：区炳显、王群、杨永强、呼志跃、谢一麟、陈武魁、刘禹、魏宁、王云超、王勤生、马龙、屈晓兰、李璐、陈辉、秦继恩。

氧化石墨烯材料 傅立叶变换红外光谱的测定

1 范围

本文件描述了采用傅立叶变换红外光谱法原理测定氧化石墨烯材料傅立叶红外光谱的方法。

本文件适用于氧化石墨烯粉体及其他功能化石墨烯粉体材料(例如羰基功能化、羧基功能化、羟基功能化、环氧基功能化和碳碳双键功能化等)的傅立叶变换红外光谱测定,氧化石墨烯浆料经过干燥处理后得到的粉体、其他官能化石墨烯粉体、还原氧化石墨烯、氧化石墨烯傅立叶红外光谱的测定也适用于本文件。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6040—2019 红外光谱分析方法通则

GB/T 21186 傅立叶变换红外光谱仪

GB/T 32199—2015 红外光谱定性分析技术通则

GB/T 30544.13 纳米科技 术语 第13部分:石墨烯及相关二维材料

JJF 1319 傅立叶变换红外光谱仪校准规范

3 术语和定义

GB/T 30544.13 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

傅立叶变换红外光谱仪的工作原理如图1所示。由光源发出的红外光经准直为平行光束进入干涉仪,经干涉仪调制后得到一束干涉光。干涉光通过样品,获得含有光谱信息的干涉光,到达检测器。由检测器将干涉光信号变成为电信号,并经放大器放大。通过模数转换器进入计算机,由计算机进行傅立叶变换的快速计算,即获得以波数为横坐标的红外光谱图,并通过数模转换器送入绘图仪绘出光谱图。

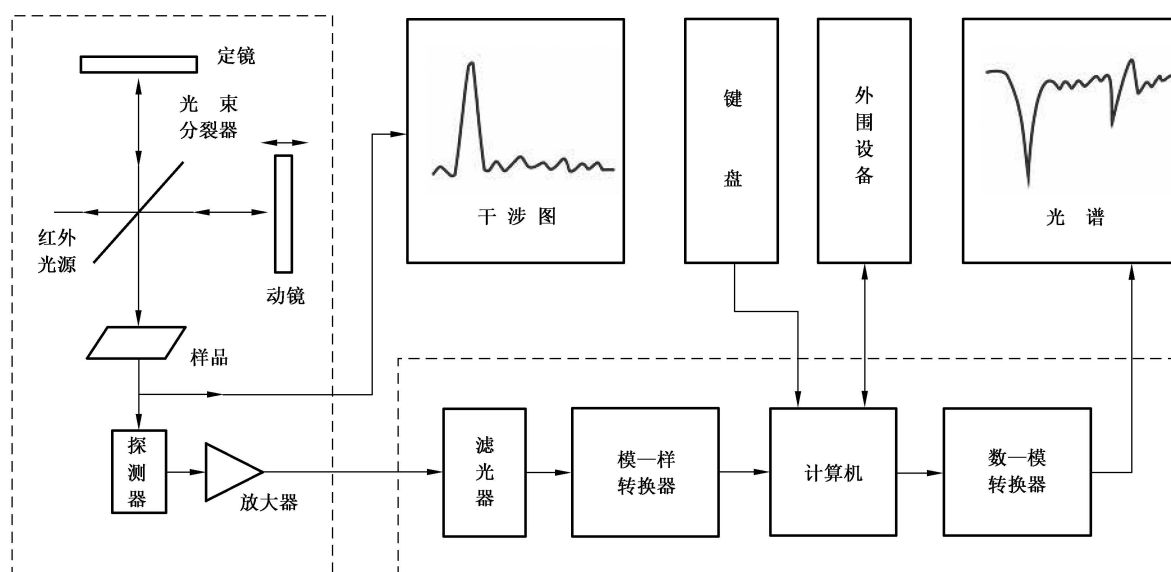


图 1 傅立叶变换红外光谱仪的工作原理图

5 仪器和试剂

5.1 仪器设备

5.1.1 傅立叶变换红外光谱仪:符合 GB/T 21186 中的规定。

5.1.2 红外灯:最大功率为 60 W。

5.1.3 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.1.4 固体压片机:压力范围 0 MPa~60 MPa。

5.1.5 真空干燥箱:控温范围为室温以上 5 ℃~300 ℃。

5.2 试剂材料

溴化钾(分析纯)。

6 测试环境

测试温度:23 ℃±5 ℃;测试湿度:相对湿度不超过 65%。

7 样品制备

7.1 样品预处理

将样品放入真空干燥箱中,在 60 ℃±5 ℃下真空干燥 24 h。溴化钾试剂放入真空干燥箱中,105 ℃±5 ℃下干燥 1 h。

7.2 试样称量

称取溴化钾试剂 1 g~20 g,样品按照与溴化钾试剂质量比 1:250~1:500 称取。

7.3 试样处理

研钵采用玛瑙、氧化铝或者碳化硼材质,避免样品被污染,在红外灯下研磨 30 s~60 s,研磨时应按同一方向(顺时针或逆时针)均匀用力直至研磨后的样品符合 GB/T 32199—2015 的规定。

在红外灯下至少烘 5 min 后开始压片,将研磨后的混合物均匀地放入固体压片机磨具的顶模和底模之间,然后将磨具放入压力机中,装入压片装置,通常压力为 15 MPa~20 MPa,持续时间为 1 min~2 min,压片厚度为 0.4 mm~0.6 mm,压出后的试样为透明或者半透明,采取相同的压片方式制备一个溴化钾空白压片作参比样品。

8 分析步骤

8.1 参数设置

取出试样,将其装入样品待测架,放入傅立叶变换红外光谱仪中,仪器测试条件和相关参数设置见表 1。

表 1 仪器参数设置

波数范围/cm ⁻¹	4 000~400
分辨率/cm ⁻¹	4
扫描次数/次	16、32 或者 64

8.2 测定操作

仪器设备按照 JJF 1319 进行校准,测定操作按照 GB/T 6040—2019 的相关规定进行。

8.3 结果处理

采集样品透过率图谱,对测试谱图进行处理(包括扣除背景/基线矫正/标峰等)最终得到一张红外光谱图。

9 报告

测试报告中应至少包括以下内容:

- a) 测试日期;
- b) 测量者;
- c) 试样描述;
- d) 测试条件;
- e) 测试结果。

附 录 A
(资料性附录)
操作实例

A.1 试样准备

- A.1.1 将氧化石墨烯粉体材料和溴化钾试剂按正文规定方式进行预处理。
- A.1.2 称取 1 mg 氧化石墨烯粉体材料、250 mg 溴化钾，装入玛瑙研钵，打开红外灯，调到 60 W，按顺时针均匀用力，使用 50 N 的力，研磨 30 s，研磨完成之后，在 60 W 的红外灯下烘 5 min。
- A.1.3 称取研磨后的混合物重量为 135 mg，均匀地放入固体压片机磨具的顶模和底模之间，然后将磨具放入压力机中，装入压片装置，压力为 20 MPa，压片持续时间为 2 min，压片厚度为 0.45 mm，取出锭片，装入固体样品测试架中。
- A.1.4 仪器按照规定校准，设置如表 A.1 参数。

表 A.1 参数设置

波数范围/cm ⁻¹	4 000~400
分辨率/cm ⁻¹	4
扫描次数/次	16

A.2 试样检测

按正文规定的仪器操作步骤进行测试，对测试数据进行基线自动校正、透过率转化、标峰操作得出氧化石墨烯粉体典型性傅立叶变换红外光谱图。

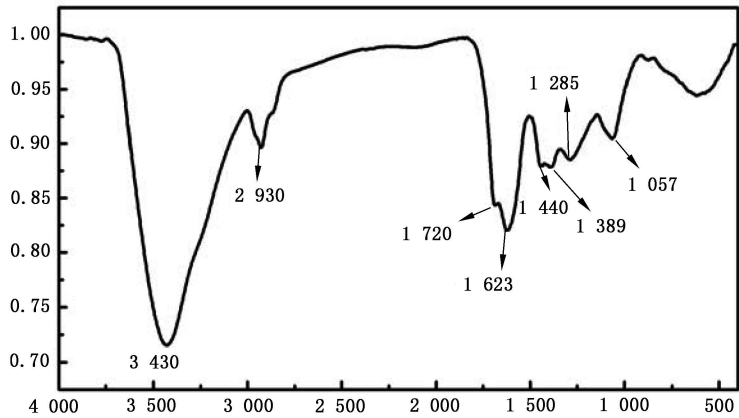


图 A.1 氧化石墨烯粉体材料红外光谱图

参 考 文 献

- [1] GB/T 30544.13—2018 纳米科技 术语 第 13 部分：石墨烯及相关二维材料
-