

## 近红外光谱仪测定甲醛溶液中的含量

### 一、前言

甲醛通常以水溶液形式出现，易溶于水和乙醇，35~40%的甲醛水溶液叫做福尔马林。甲醛是一种重要的有机原料，主要用于塑料工业（如制酚醛树脂、脲醛塑料）、合成纤维（如合成维尼纶、聚乙烯醇缩甲醛）、皮革工业、医药、染料等。使用近红外光谱仪检测甲醛含量具有无损检测样品，实验过程简单，省事省力等优点。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

智能微型光谱仪，T960 电位滴定仪，分析天平等

#### 2.2、试剂

甲醛溶液，纯水

### 三、实验方法

#### 3.1、甲醛溶液样品测试

使用电位滴定仪对 4 个样品进行甲醛含量滴定，取三次测得平均结果。

表 1 样品甲醛含量

样品编号	1	2	3	4
含量/%	41.85	49.00	46.37	36.97

#### 3.2、线性样品配置

称取不同质量样品（精确值 0.1mg），放入不同试剂瓶中。称取不同质量的纯水（精确值 0.1mg）作为稀释液放入不同的试剂瓶中，配置梯度样本。用电位滴定仪测量配置线性样品的甲醛含量。

表 2 配置的样品甲醛含量

梯度样品编号	甲醛含量/%	梯度样品编号	甲醛含量/%
1	0.00	13	36.97
2	25.05	14	37.04
3	26.05	15	38.05
4	26.98	16	39.01
5	28.01	17	40.05
6	29.02	18	41.85
7	30.02	19	42.04
8	31.08	20	43.02
9	32.03	21	44.03
10	33.25	22	45.01
11	34.01	23	46.37
12	35.01	24	49.00

### 3.3、仪器参数

表 3 参数设置

编号	程序设置名称	数值
1	单点平均次数	100
2	波长增量/nm	10

### 3.4、扫描样品光谱

用吸管将线性样品吸入 2mm 比色皿中。将比色皿放入仪器比色皿槽中，扫描样品近红外光谱。样品浓度从低到高依次扫描，每个样品复采 3 组光谱数据。

### 3.5、建立模型

将样品光谱数据和化学值导入 SpecMC 建模软件中，对光谱数据去趋势+Z-score 标准化预处理方式，采用 PLS 对样品分析，采用 PLS 内部交叉验证建立模型。

### 3.6、建模图谱

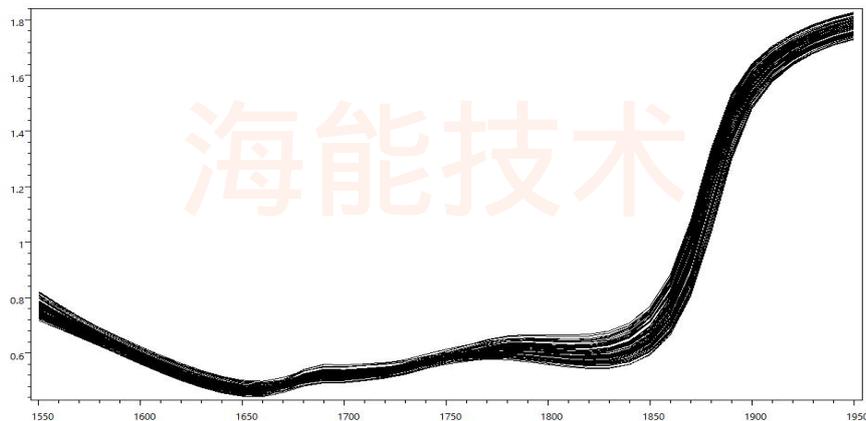


图1 原始光谱图

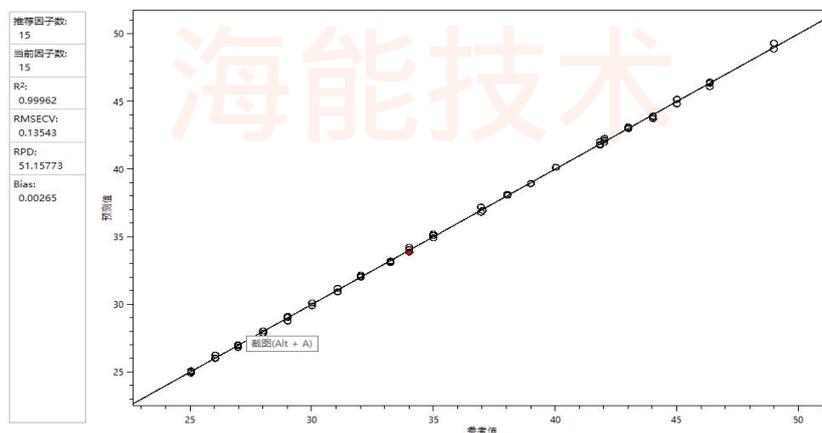


图2 校正结果

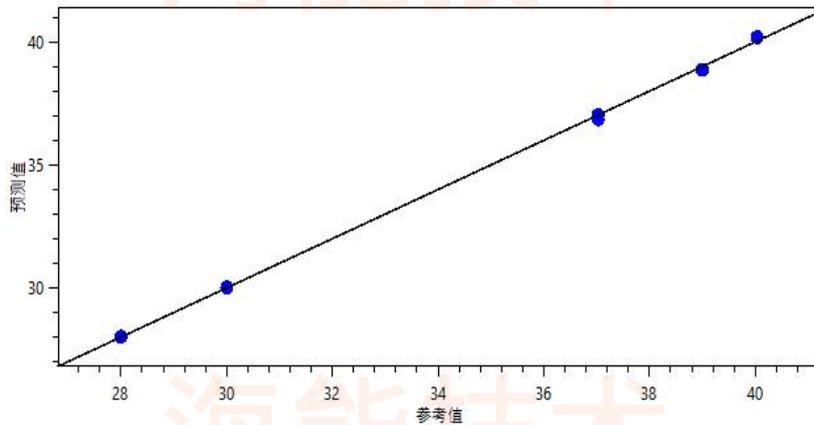


图3 预测结果

#### 四、结果与讨论

##### 4.1、实验结果

经过分析检测，建模结果如下表：

表3 建模结果统计

预测统计项	$R^2$	PRESS	RMSEP	SEP	RPD
统计值	0.99943	0.06988	0.10792	0.11611	42.76370

##### 4.2、结论

实验结果表明模型中甲醛含量与近红外光谱有很好的线性关系，达到 0.99943。近红外预测模型和化学值成线性相关，可以采用近红外光谱仪检测甲醛溶液含量。

近红外测定甲醛含量模型的结果受多个因素的影响，包括仪器状态、样品代表性、参考值测定等等。在建模中，通过增加样品数量，逐渐的完善甲醛含量的 NIR 模型，将会建立一个更稳健的数学模型。