

内涂环氧树脂复合钢管塑层材料的 FTIR 分析方法构建与应用研究

余巧玲^{1,2}, 徐晓燕^{1,2}, 梁婉兴^{1,2}, 尤海云^{1,2}, 刘志健^{1,2}, 王万卷^{1,2}

(1. 广州质量检验研究院, 广东 广州 511447;

2. 广州市 NQI- 质量安全科技协同创新中心, 广东 广州 511447)

摘要: 内涂环氧树脂复合钢管的服役性能关键取决于其涂塑层的材质与质量。针对实际检测中因填料干扰、表面状态不佳或组分迁移导致的红外光谱识别困难问题, 本文系统比较了衰减全反射法 (ATR) 与溴化钾 (KBr) 压片法在涂塑层分析中的适用性。结果表明: ATR 法操作简便, 适用于表面洁净、填料干扰小的样品快速初筛; 而 KBr 压片法可有效消除表面选择性效应, 清晰呈现本体树脂及添加剂 (如邻苯二甲酸酯增塑剂、碳酸钙、硫酸钡等) 的特征吸收峰, 尤其适用于复杂配方或 ATR 谱图质量不佳的仲裁分析。基于此, 本文构建了“ATR 初筛—KBr 复核”的标准化红外鉴别流程, 并通过典型试样验证了该流程在识别双酚 A 型环氧树脂、聚酯-环氧混合体系等方面的可靠性。研究成果为内涂复合钢管的质量控制、失效分析及市场监管提供了实用、高效的分析技术支撑。

关键词: 内涂环氧树脂复合钢管; 涂塑层; 傅里叶变换红外光谱 (FTIR); 衰减全反射法 (ATR); KBr 压片法; 材料鉴别; 双酚 A 型环氧树脂; 聚酯-环氧混合体系

引用论文: 余巧玲, 徐晓燕, 梁婉兴, 等. 内涂环氧树脂复合钢管塑层材料的 FTIR 分析方法构建与应用研究 [J]. 橡塑技术与装备, 2026, 52(4):05-10.

中图分类号: TQ323.5

文献标识码: B

文章编号: 1009-797X(2026)04-0005-06

DOI: 10.13520/j.cnki.rpte.2026.04.002

0 前言

内涂环氧树脂复合钢管是一种采用特殊工艺在钢管内壁涂覆环氧树脂粉末并经高温固化形成的新型管材^[1-2]。该结构将金属钢管优异的机械性能与高分子环氧树脂卓越的耐腐蚀性能相结合, 不仅能够有效抵抗化学介质侵蚀、抑制微生物附着, 其光滑内壁还可显著降低流体输送阻力。基于上述特性, 该类管材广泛应用于对防腐、防垢及介质纯度要求较高的场合, 如建筑给水、消防系统、市政管网、石油化工和电力能源等领域。

涂塑层的材质选择、固化状态与均匀性对复合钢管的服役性能具有决定性影响。目前市售内涂环氧树脂种类繁多, 涵盖双酚 A 型环氧树脂、酚醛环氧树脂以及各类改性体系 (如增韧型、耐高温型等), 其中最主要的是双酚 A 型环氧树脂 (结构式见图 1)^[3]。不同配方与固化工艺所制备的涂层在耐化学性、耐高温能力及力学性能方面差异显著。然而, 实际工程中常存在使用劣质树脂、固化工艺控制不当等问题, 致使管道在运行过程中出现涂层剥落、起泡或早期失效, 严

重影响工程安全。因此, 开发一种高效、准确的涂塑层材质鉴别与质量评价方法, 对保障管材质量、开展失效分析及规范市场秩序具有重要意义。

传统涂层分析手段如化学分析法流程繁琐且具有破坏性; 热分析技术 (如 DSC、TGA) 虽可反映材料热行为, 但对化学结构识别能力有限; 扫描电镜 (SEM) 可观察表面形貌, 但无法获取化学成分信息。相比之下, 傅里叶变换红外光谱 (FTIR) 技术能够提供丰富的分子结构信息 (如官能团类型与化学键结构), 具备分析速度快、样品需求量少、操作便捷等优势^[4], 已成为高分子材料定性分析的核心方法之一^[5]。然而, 将 FTIR 技术应用于内涂环氧树脂复合钢管的质量控制仍面临挑战: 其一, 涂层与钢基体结合紧密, 取样与制样难度较高; 其二, 填料等添加剂的存在干扰了

作者简介: 余巧玲 (1986-), 女, 硕士, 正高级工程师, 主要从事高分子材料及制品的检验检测和测试方法开发工作。

基金项目: 广州市市场监督管理局科技项目 (2023KJ04); 广州市院士专家工作站 (2024-D012); 广州市科技计划项目 (2023B04J0407)

特征官能团的准确识别。

为此,本研究针对内涂环氧树脂复合钢管的塑层特性,系统研究取样策略、制样工艺及测试参数优化等关键环节,建立特征红外吸收峰与树脂类型的对应

关系,并通过对市场实际样品的测试验证方法的可靠性。最终形成一套标准化的操作流程,构建从快速筛查到精确仲裁的完整技术体系,为涂塑层材质的科学鉴定提供实践依据。

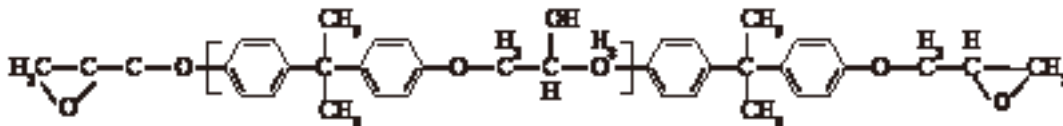


图1 双酚A型环氧树脂(E型环氧树脂)结构式

1 实验部分

1.1 材料与仪器

内涂环氧树脂复合钢管:市售;傅里叶变换红外光谱仪:NICOLET 6700,美国 Thermo Fisher 公司;光谱纯溴化钾:阿拉丁;油压机:上海山岳科学仪器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备

从每根复合钢管上截取约 10 cm × 10 cm 的试片。用无水乙醇和丙酮依次擦拭涂塑层表面,去除可能的油污和灰尘,室温下晾干备用。

1.2.2 衰减全反射(ATR)法

从复合钢管上刮取涂塑层试样,将试样置于 ATR 附件的 Ge 晶体上,施加固定的压力进行测试。测试参数:扫描范围 4 000~600 cm⁻¹,分辨率 4 cm⁻¹,扫描 32 次。每个试样测试前,均用无水乙醇清洁晶体背景,并采集背景光谱。所有光谱数据均进行自动基线校正和大气背景扣除。

1.2.3 溴化钾(KBr)压片法

用锉刀将复合钢管涂塑层打磨成细粉,取 1~2 mg 粉末试样,与约 200 mg 干燥的 KBr 粉末在玛瑙研钵中充分混合并研磨至细腻、均匀。在 25 MPa 压力下压制成透明或半透明的薄片,随后进行扫描测试。测试参数:扫描范围 4 000~400 cm⁻¹,分辨率 4 cm⁻¹,扫描 32 次。通过校正基线和识别特征峰完成测试。

2 结果与讨论

2.1 ATR 法

图 2 展示了采用 ATR 法测得的复合钢管涂塑层红外光谱。通过对谱图的系统解析,可以识别出涂塑层的主要化学组成及其结构特征。

在特征频率区(4 000~1 300 cm⁻¹),谱图显示出

双酚 A 型环氧树脂的典型吸收峰。位于 2 964 cm⁻¹ 与 2 930 cm⁻¹ 的吸收峰,分别归属于脂肪链中甲基(-CH₃)与亚甲基(-CH₂-)的 C-H 伸缩振动,是聚合物骨架中烷基结构的有力证据。在芳香环振动区域,1 607 cm⁻¹、1 580 cm⁻¹、1 508 cm⁻¹ 处出现的系列吸收峰,源于苯环的 C=C 骨架振动,清晰指示了芳香环结构的存在。值得注意的是,1 384 cm⁻¹ 与 1 363 cm⁻¹ 处出现的双峰是偕二甲基(-C(CH₃)₂-)的对称弯曲振动特征,该基团是双酚 A 单体结构的标志性单元。在醚键振动区,1 296 cm⁻¹ 处的吸收被指认为芳香醚(Ar-O-C)的不对称伸缩振动,而 1 234 cm⁻¹ 处的强峰则对应芳香醚(Ar-O-Ar)中 C-O-C 的不对称伸缩振动。整体上,1 300~1 000 cm⁻¹ 的宽泛吸收带主要归因于分子中多种 C-O 键的伸缩振动模式。此外,在苯环 C-H 面外弯曲振动区域,828 cm⁻¹ 与 802 cm⁻¹ 的吸收峰进一步确认了苯环对位二取代的模式。上述所有特征峰相互印证,共同构成了双酚 A 型环氧树脂的标准红外指纹图谱,确证了涂塑层的基础树脂为此类材料。

值得指出的是,在 ATR 谱图中,4 000~1 300 cm⁻¹ 区域的整体吸收强度普遍较弱。这一现象并非源于样品浓度不足,而是与 ATR 技术本身的物理机制密切相关。ATR 信号强度依赖于红外光在样品中产生的消逝场穿透深度,该深度受入射光波长、ATR 晶体折射率及样品折射率共同影响。在高波数区域(即短波长区域),穿透深度显著减小,导致信号响应减弱。因此,在 ATR 模式下,不能仅凭峰强直接推断官能团的绝对含量,需结合标准谱图与结构信息进行综合判断。

除环氧树脂主体外,谱图在指纹区(<1 300 cm⁻¹)还显示出其他添加剂的特征信号。位于 987 cm⁻¹、636 cm⁻¹ 及 610 cm⁻¹ 处的吸收峰,是硫酸盐(SO₄²⁻)中 S-O 键伸缩与弯曲振动的特征,表明样品中可能存在少量无机硫酸盐填料或杂质。更为重要的是,在 1 041 cm⁻¹、

779 cm^{-1} 、739 cm^{-1} 及 696 cm^{-1} 处出现的一组吸收峰，强烈提示着样品中添加了邻苯二甲酸酯类增塑剂。其中，779 cm^{-1} 与 739 cm^{-1} 处的峰尤其关键，它们源于邻苯二甲酸酯分子中邻位二取代苯环的 C—H 面外弯曲振动，是该类增塑剂最明确的指纹特征。通常，邻苯二甲酸酯在约 1 740 cm^{-1} 附近会出现一个酯羰基

(C=O) 伸缩振动峰。然而，在本 ATR 谱图中，该预期峰位并未明显显现。这一缺失可能归因于多重因素：一方面，ATR 技术对强极性基团（如 C=O）的响应可能受限于表面接触与折射率匹配；另一方面，若增塑剂添加量较低，其 C=O 吸收峰可能被环氧树脂主链的宽吸收带掩盖，或因峰位重叠而难以分辨。

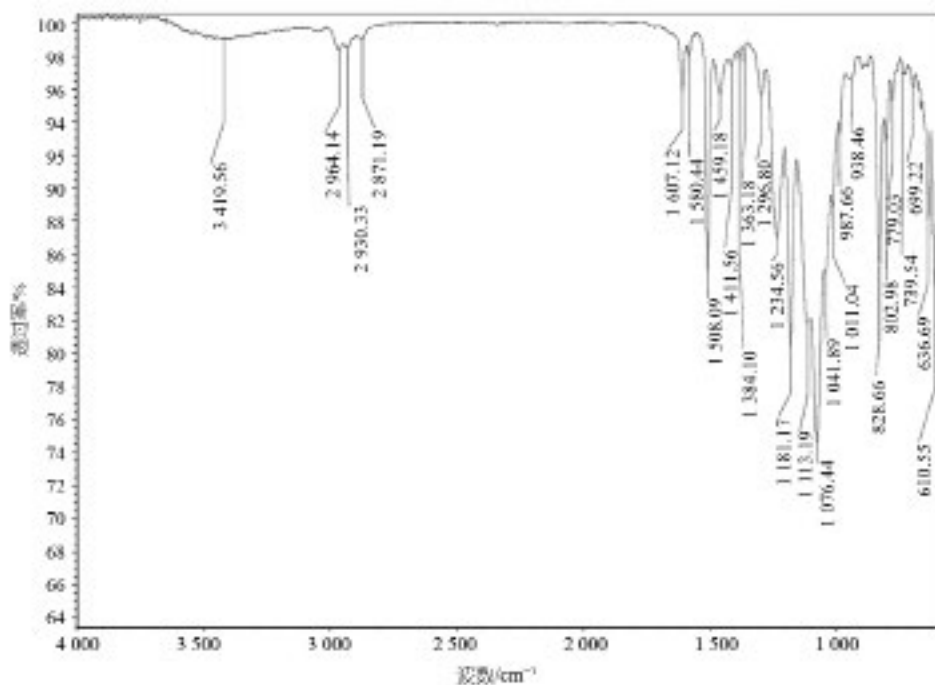


图 2 ATR 法红外光谱图

2.2 KBr 压片法

图 3 展示了采用 KBr 压片法测得的复合钢管涂层红外光谱。与 ATR 法相比，KBr 压片法通过将样品均匀分散于溴化钾基质中并压制成透明薄片进行透射测量，从根本上避免了 ATR 技术因消逝波穿透深度有限所导致的信号衰减及表面选择性增强效应。该经典方法在谱带强度、峰形分辨及特征组合方面具有显著优势，尤其在 4 000~1 300 cm^{-1} 的特征频率区，能够更为真实、完整地反映涂塑层材料的本体化学组成与分子结构信息，有效避免因表面组分富集、结晶度梯度或分子取向等物理因素引起的谱图偏差与误判。

通过对谱图的系统解析，可明确识别涂塑层中各化学组分的特征吸收峰。3 423 cm^{-1} 处的宽缓吸收带归属于羟基 (O—H) 的伸缩振动，可能来源于树脂中残留羟基、固化反应副产物或吸附的环境水分。3 035 cm^{-1} 处的弱吸收对应芳香环上 =C—H 键的伸

缩振动，是苯环结构存在的直接证据。2 964 cm^{-1} 与 2 929 cm^{-1} 分别归属于脂肪链中甲基 (—CH₃) 与亚甲基 (—CH₂—) 的 C—H 伸缩振动，反映树脂骨架及添加剂中的烷基结构。1 384 cm^{-1} 与 1 362 cm^{-1} 处出现的特征双峰为偕二甲基 (—C(CH₃)₂—) 的对称弯曲振动，是双酚 A 结构单元的典型标志。芳香环的 C=C 骨架振动在 1 607 cm^{-1} 、1 581 cm^{-1} 及 1 509 cm^{-1} 处呈现一系列清晰可辨的吸收峰。1 297 cm^{-1} 与 1 245 cm^{-1} 则分别归属于芳香醚 (Ar—O—C) 与二芳醚 (Ar—O—Ar) 中 C—O—C 键的不对称伸缩振动，构成环氧树脂网络骨架的关键振动模式。1 300~1 000 cm^{-1} 之间的宽强吸收谱带，主要由体系中多种 C—O 键 (包括醚键、酯键等) 的伸缩振动共同叠加贡献形成。此外，827 cm^{-1} 与 800 cm^{-1} 处的吸收进一步证实了苯环对位二取代的 C—H 面外弯曲振动模式。上述一系列特征峰的协同指认，共同构成双酚 A 型环氧树脂明

确无误的红外指纹图谱，确证其作为涂塑层的基础成膜物质。

除主体树脂外，谱图亦清晰揭示了多种功能性添加剂的存在。1 737 cm^{-1} 处出现的强吸收峰归属于酯羰基 ($\text{C}=\text{O}$) 的伸缩振动，结合 1 122 cm^{-1} 、1 040 cm^{-1} 区域的 $\text{C}-\text{O}$ 伸缩振动，以及 778 cm^{-1} 、727 cm^{-1} 和 695 cm^{-1} 处邻位二取代苯环 $\text{C}-\text{H}$ 面外弯曲振动组合，可明确认为邻苯二甲酸酯类增塑剂的加入。另一方面，983 cm^{-1} 的尖锐吸收峰对应硫酸根离子 (SO_4^{2-}) 的对称伸缩振动，637 cm^{-1} 与 610 cm^{-1} 为其不对称弯曲振动，而 559 cm^{-1} 、513 cm^{-1} 和 459 cm^{-1} 的低频吸收则源于对称弯曲振动因晶场作用下的模式裂分，这一完整的硫酸盐红外特征序列确证了硫酸钡 (BaSO_4) 作为功能性填料的使用。尤为关键的是，在 1 888 cm^{-1} 处出现的尖锐吸收峰，是酸酐类固化剂

中 $\text{C}=\text{O}$ 伸缩振动最具识别性的高频特征，为判断该环氧体系采用酸酐固化路径提供了决定性证据。

上述三类组分的引入分别服务于特定的材料功能设计与性能优化目标：邻苯二甲酸酯类增塑剂通过嵌入聚合物链间，削弱分子间作用力，增加链段运动能力，从而有效改善环氧树脂固有的硬脆特性，显著增强涂层的柔韧性、抗冲击性及对钢基底的附着力；硫酸钡填料则通过构建有机-无机复合体系，协同发挥聚合物的韧性与无机填料的刚性，提升涂层的机械强度、硬度、耐磨性与抗渗透性，并优化涂料的流变行为与施工性能；而酸酐类固化剂通过其与环氧基团开环加成反应，形成以酯键为主的高度交联三维网络结构，赋予涂层优异的耐热性、化学稳定性、电气绝缘性及长期耐久性。

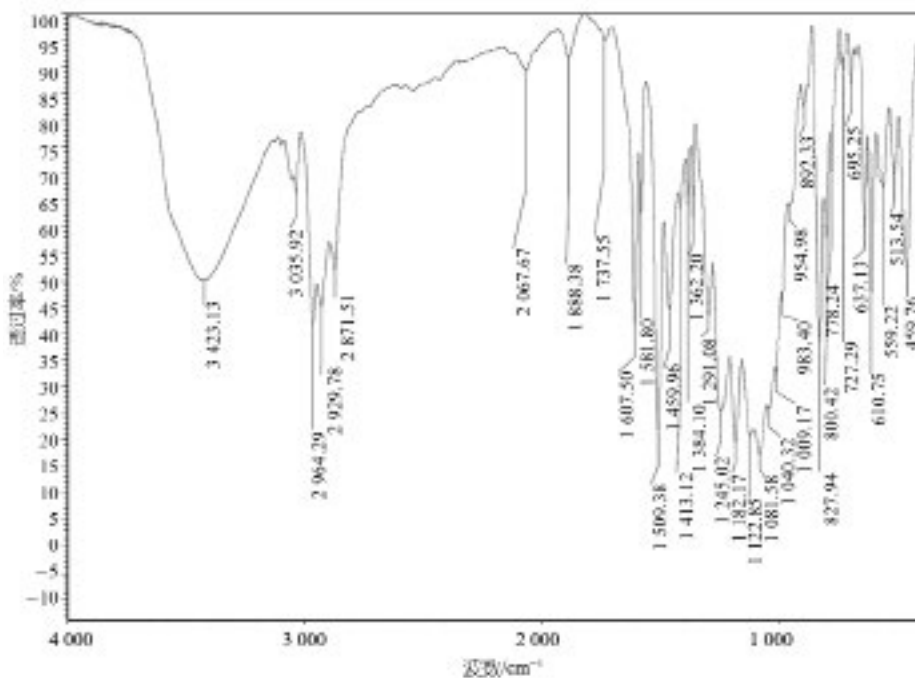


图3 KBr 压片法红外光谱图

2.3 测试流程构建与实例分析

在日常检测中，若仅需对内涂环氧树脂复合钢管的主体材质进行初步鉴别，建议优先采用操作简便的 ATR 法。当所获光谱与标准红外谱库的匹配度低于 80% 时，可结合典型特征峰进行人工比对以辅助判定；若因样品表面状态不佳或无机填料干扰导致 ATR 谱图质量不理想，则应转用 KBr 压片法进行复测，以获得更准确的本体材料信息。以下通过两份不同试样的实例加以说明。

首先采用 ATR 法对试样涂塑层进行红外光谱分析，结果如图 4 所示。试样 1 的红外特征峰归属明确：2 970 cm^{-1} 、2 925 cm^{-1} 归属于 $-\text{CH}_3$ 、 $-\text{CH}_2-$ 的 $\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动；1 606 cm^{-1} 、1 580 cm^{-1} 及 1 508 cm^{-1} 为芳香环骨架 ($\text{C}=\text{C}$) 伸缩振动；1 295 cm^{-1} 、1 235 cm^{-1} 、1 181 cm^{-1} 、1 104 cm^{-1} 、1 085 cm^{-1} 及 1 037 cm^{-1} 对应于 $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 及 $\text{C}-\text{O}$ 伸缩振动；828 cm^{-1} 则反映对位取代苯环的 $\text{C}-\text{H}$ 弯曲振动，以上均为环氧树脂的典型吸收。此外，875 cm^{-1} 及 1 416

cm^{-1} 处的宽缓吸收峰，归属于填料碳酸钙。

试样 2 的 ATR 谱图受到无机填料的强烈干扰， $1\ 500\sim 1\ 300\ \text{cm}^{-1}$ 区间的特征峰被掩盖，且芳香环骨架振动 ($1\ 600\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 500\ \text{cm}^{-1}$) 强度过低，导致初步谱图与聚酯 (PET) 匹配度较高。改用 KBr 压片法重新测试后，关键特征得以清晰呈现： $2\ 965\ \text{cm}^{-1}$ 、 $2\ 875\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 577\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 505\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 456\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 246\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 171\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 077\ \text{cm}^{-1}$ 及 $829\ \text{cm}^{-1}$ 为环氧树脂吸收； $1\ 720\ \text{cm}^{-1}$ (酯基 C=O 伸缩振动)、 $1\ 267\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 118\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 101\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 017\ \text{cm}^{-1}$ 、 $978\ \text{cm}^{-1}$ 及 $727\ \text{cm}^{-1}$ 为聚酯吸收； $2\ 513\ \text{cm}^{-1}$ 、 $1\ 791\ \text{cm}^{-1}$ 、 $875\ \text{cm}^{-1}$ 、 $712\ \text{cm}^{-1}$ 以及 $1\ 429\ \text{cm}^{-1}$ 处的宽强吸收归属于碳酸钙； $632\ \text{cm}^{-1}$ 与 $609\ \text{cm}^{-1}$ 则指示

样品中存在硫酸盐。

值得注意的是，部分涂层采用“聚酯-环氧树脂”复合体系。在此类体系中，红外光谱常表现出聚酯特征峰强度高于环氧树脂的现象，主要原因有二：其一，配方中聚酯树脂的添加比例较高；其二，在固化过程中，因两相间表面张力与相容性差异，聚酯组分更易向涂层表层迁移，从而在 FTIR 检测中信号被选择性增强。该复合体系的设计旨在实现性能的协同优化：一方面可显著提升涂层的柔韧性、抗冲击性及对基材的附着力，另一方面有助于降低原材料成本。然而，相较于纯环氧体系，其在耐化学性（尤其是耐碱性）和长期热稳定性方面有所削弱，同时对配方设计、组分相容性控制及生产工艺参数提出了更高要求。

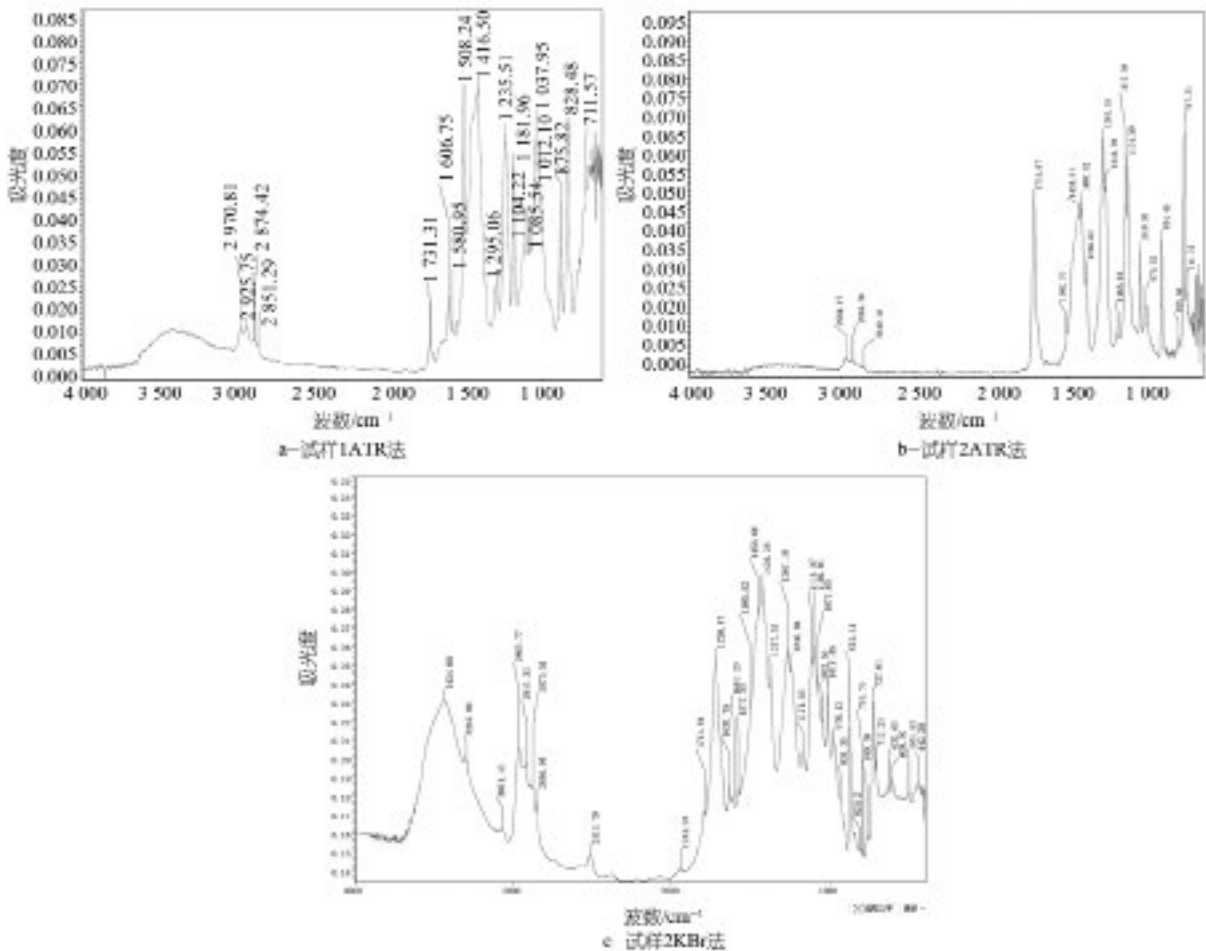


图 4 涂塑层红外光谱分析

3 结论

(1) ATR 法适用于内涂环氧树脂复合钢管涂塑层的快速初步鉴别，具有无需制样、操作便捷等优势，但其信号易受表面状态、填料干扰及组分迁移影响，

尤其在高频数区灵敏度较低，可能导致关键官能团漏检或误判。

(2) KBr 压片法通过透射模式获取体相信息，能更真实、完整地反映涂塑层中环氧树脂主体 (如双酚

A 结构单元、芳香醚键、对位取代苯环等)、功能性添加剂(如邻苯二甲酸酯类增塑剂、碳酸钙、硫酸钡)及固化剂类型(如酸酐类)的红外特征,是复杂体系或争议样品的可靠仲裁手段。

(3) 针对实际样品中常见的“聚酯-环氧树脂”混合体系,ATR法易因聚酯组分表层富集而高估其含量,需结合KBr压片法进行综合判定。

(4) 本文提出的“ATR初筛+KBr复核”两级鉴别流程,兼顾效率与准确性,可有效应对市售产品中材质混杂、配方复杂等挑战,为内涂复合钢管的质量监管与失效溯源提供了标准化、可推广的红外光谱分

析技术路径。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国住房和城乡建设部. 给水涂塑复合钢管: CJ/T 120-2016 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [2] 国家市场监督管理总局. 流体输送用钢塑复合管及管件: GB/T 28897-2021 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- [3] 冯计民. 红外光谱在微量物证分析中的应用 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2010:116-117.
- [4] 李东阳, 翟星月, 方清, 等. 红外光谱分析技术在涂料检测中的应用 [J]. 中国石油和化工标准与质量, 2024, 44(14): 168-171+174.
- [5] 王正熙. 高分子材料剖析实用手册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2015:247-248.

Construction and application research of FTIR analysis method for internal epoxy resin coated plastic lined steel pipe materials

Yu Qiaoling^{1,2}, Xu Xiaoyan^{1,2}, Liang Wanxing^{1,2}, You Haiyun^{1,2}, Liu Zhijian^{1,2}, Wang Wanjuan^{1,2}

(1. Guangzhou Quality Testing & Inspection Institute, Guangzhou 511447, Guangdong, China;

2. Guangzhou NQI-Quality and Safety Technology Co-innovation Center, Guangzhou 511447, Guangdong, China)

Abstract: The service performance of internally coated epoxy resin composite steel pipes critically depends on the material and quality of their plastic coating layer. In response to the challenges posed by infrared spectroscopy identification difficulties arising from filler interference, poor surface conditions, or component migration in practical testing, this paper systematically compares the applicability of Attenuated Total Reflection (ATR) and potassium bromide (KBr) pellet-pressing methods in the analysis of plastic coating layers. The results indicate that the ATR method is simple to operate and suitable for rapid initial screening of samples with clean surfaces and minimal filler interference. Conversely, the KBr pellet pressing method effectively eliminates surface selectivity effect, clearly presenting the characteristic absorption peaks of the bulk resin and additives (such as phthalate plasticizers, calcium carbonate, barium sulfate, etc.), making it particularly suitable for arbitration analysis of complex formulations or poor-quality ATR spectra. Based on this, this paper establishes a standardized infrared identification process of "ATR initial screening - KBr verification", and verifies the reliability of this process in identifying bisphenol A epoxy resin, polyester-epoxy hybrid systems, and other aspects through typical samples. The research findings provide practical and efficient analytical technical support for quality control, failure analysis, and market supervision of internally coated composite steel pipes.

Key words: internally coated epoxy resin composite steel pipe; plastic coating layer; Fourier Transform infrared spectroscopy (FTIR); Attenuated Total Reflection (ATR) method; KBr pellet method; material identification; bisphenol A epoxy resin; polyester-epoxy hybrid system

(R-03)