

# 红外光谱减光技术在 FT-IR 中的应用

荆煦葵 张明杰 欧阳天美

(南开大学元素有机化学研究所)

**摘要**——本文报道了红外光谱减光技术在 FT-IR 光谱中消除大气吸收影响的实验结果,并将这一结果与纵标扩大法实验结果进行比较和讨论。指出,在低能通量的红外光谱测量中,减光法比纵标扩大法有着明显的优越性。

## 一、引 言

低能通量红外光谱测量问题,一向为人们所重视,为了获得低透过率物质的良好光谱,在传统的色散型红外分光光度计发展的早期,便采用了减光技术,以后并被广泛采用。实验表明,采用减光技术,可使光谱的表观透过率范围放大。它不但可以用于定性测量,而且也可用于定量测量<sup>[1]</sup>。此外,为了测量低透过率样品的红外光谱,长时期以来,人们也在寻求简单有效的纵标扩大技术,但在传统的实验技术条件下,这一方法始终未获得满意结果<sup>[2]</sup>。

随着电子计算机技术的迅速发展,高度计算机化的 FT-IR 光谱仪达到了很高的灵敏度,有着良好的纵标扩大功能和基线校正功能,它为低透过率样品的测量提供了方便<sup>[3]</sup>,但是这种仪器都是单光束的,如何消除大气吸收的影响始终是一个令人关注的问题,特别对于像 Nicolet 5 DX 这类简易型 FT-IR 光谱仪,这一问题显得更加突出。在实验中,我们借助于减光技术,在小样品及低透过率样品的红外光谱测量中,均获得较好的效果。

## 二、实 验 结 果

实验采用 Nicolet 5 DX 型 FT-IR 光谱仪,波数范围为  $4600\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ,带有基线校正、纵标及横标扩大等功能。实验采用的样品是聚苯乙烯薄膜,面积为  $1.5\times 15\text{ mm}^2$ 。红外光束的截面积约为  $14\times 16\text{ mm}^2$ (实验观测值)。本文中所有的光谱均为 10 次扫描所得,未采用平滑技术。

实验结果如下:

1. 低能通量的红外光谱。系来自面积为  $1.5\times 15\text{ mm}^2$  的聚苯乙烯薄膜。光谱的基线透过率低于 14%,见图 1。

2. 采用减光技术扩大图 1 的表观光谱透过率范围,所测量结果见图 2。减光器的光孔

本文 1984 年 5 月 12 日收到。

大小凭经验选择。

3. 采用纵标扩大功能提高图 1 的光谱质量, 实绘结果见图 3。

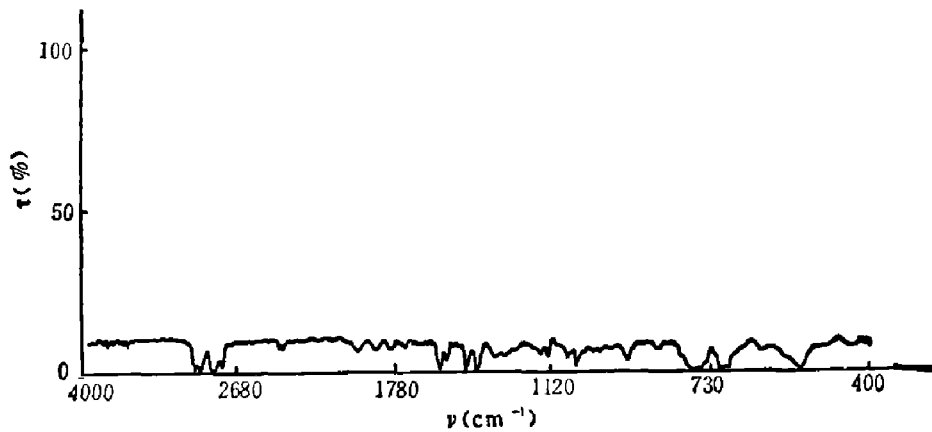


图 1 面积为  $1.5 \times 15 \text{ mm}^2$  的聚苯乙烯薄膜的红外光谱

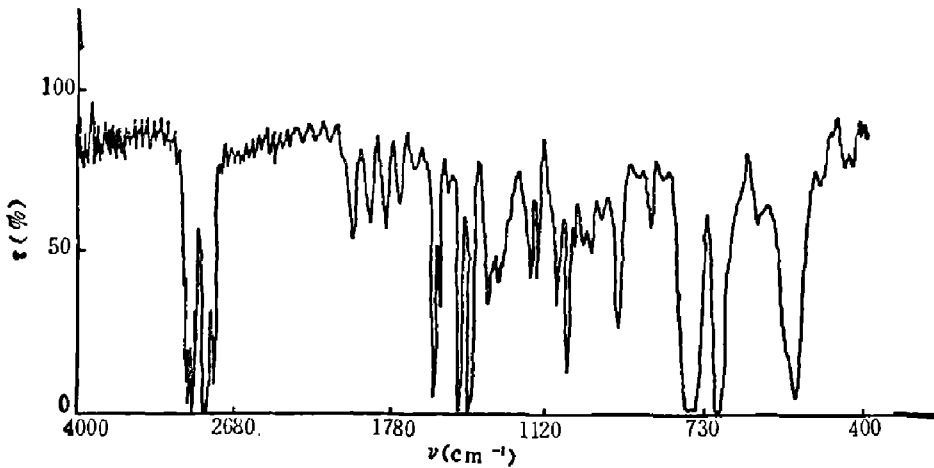


图 2 采用减光法改善后的  $1.5 \times 15 \text{ mm}^2$  聚苯乙烯薄膜的红外光谱

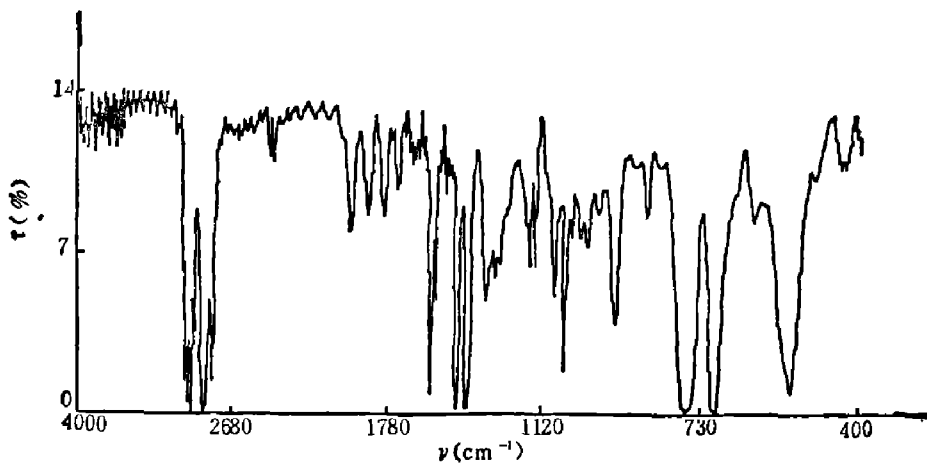


图 3 采用纵标扩大改善后的  $1.5 \times 15 \text{ mm}^2$  聚苯乙烯薄膜的红外光谱

### 三、讨 论

1. 减光技术扩大光谱透过率范围。从图 2 和图 3 可见, 无论是用减光法还是纵标扩大法, 都可以放大小样品所产生的低透过率光谱, 而且除大气吸收区外, 两个光谱的表现图象

极为相似。但是它们的纵坐标范围不同。图 2 的纵坐标满刻度为 100% 透过率, 图 3 满刻度只有 14% 透过率。可见减光法是扩大了光谱的表观透过率范围, 相当于对光能通量放大, 而纵标扩大法只是将坐标的标尺放大。

2. 减光技术提高光谱清晰度。为说明上述两种不同的放大作用和不同效果, 我们对 1800~1500  $\text{cm}^{-1}$  范围内的光谱情况作进一步实验, 现分别截取图 2 及图 3 中 2200~1200  $\text{cm}^{-1}$  范围内的光谱, 并使之沿横坐标扩大, 所测结果见图 4 及图 5。图 5 纵标扩大法说明, 未完全抵消的大气水汽吸收叠加在样品光谱上, 使这段光谱显得模糊了; 而减光法所测得的图 4 光谱中则无此现象。

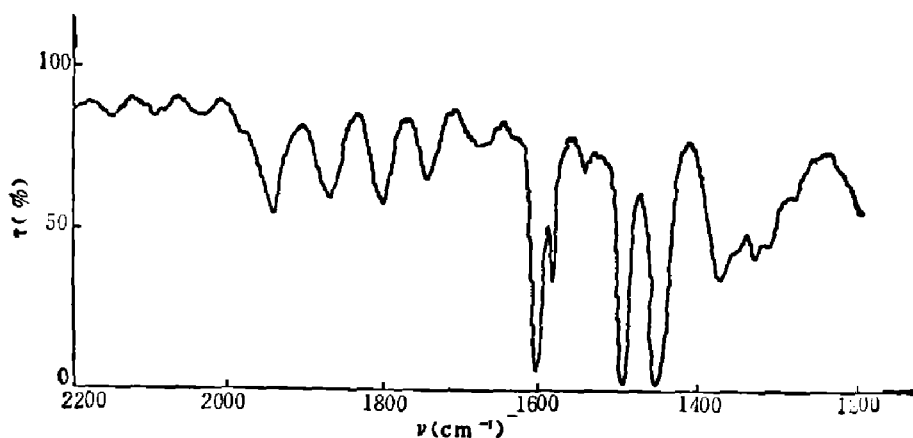


图 4 经横坐标扩大后部份图 2 的光谱

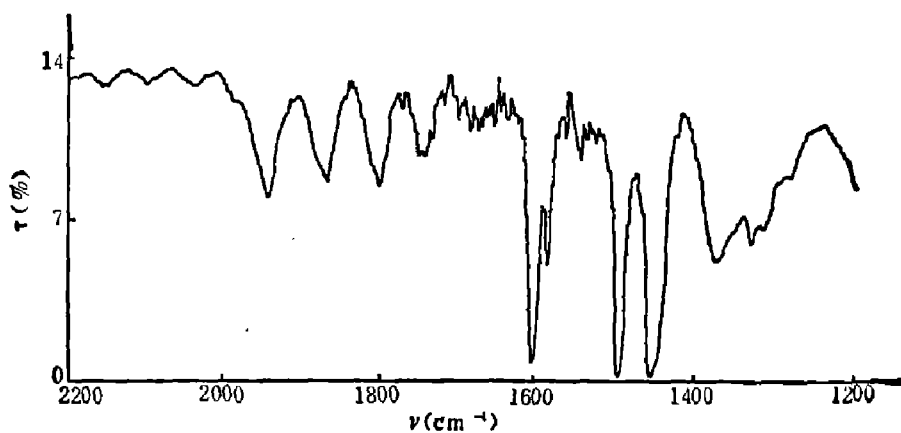


图 5 经横坐标扩大后部份图 3 的光谱

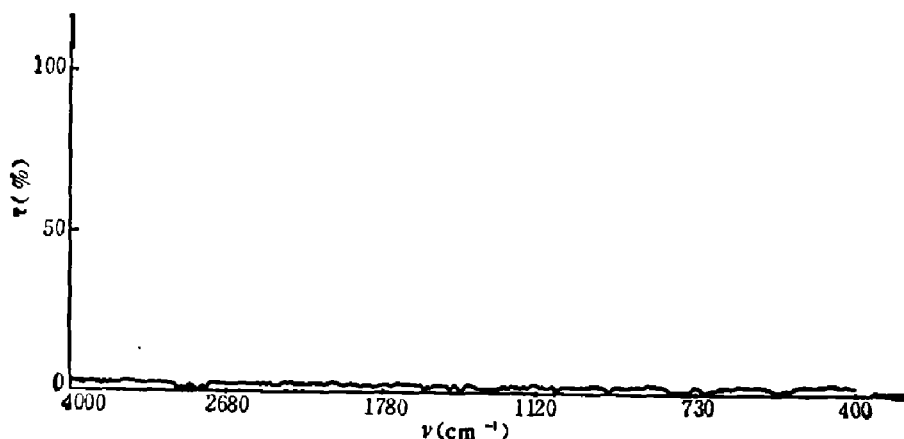


图 6  $1.5 \times 1 \text{ mm}^2$  聚苯乙烯薄膜的 FT-IR 光谱

3. 大气吸收影响问题。由于面积越小, 光能通量越低, 信噪比越差, 因而样品面积越小, 大气吸收影响越为突出。图 6 是面积为  $1.5 \times 1 \text{ mm}^2$  的聚苯乙烯薄膜的光谱, 基线透过率只有 2%。我们分别采用减光法及纵标扩大法进行实验, 所测得的光谱见图 7 和图 8。结果表明, 在消除大气影响的效果上, 图 7 减光法仍表现出明显的优越性。在  $1800 \sim 1500 \text{ cm}^{-1}$  水汽吸收区, 它的光谱轮廓要清楚得多。

实验表明, 为消除或减少大气吸收的影响和纵标扩大的不良后果, 在制样过程中还应设法提高光能通量, 在条件许可时, 加大样品的面积是有效方法之一。图 9 是一个有机磷化合物的低透过率光谱, 样品为  $\phi 12 \text{ mm}$  的 KBr 压片, 基线透过率为 20%。分别采用减光法

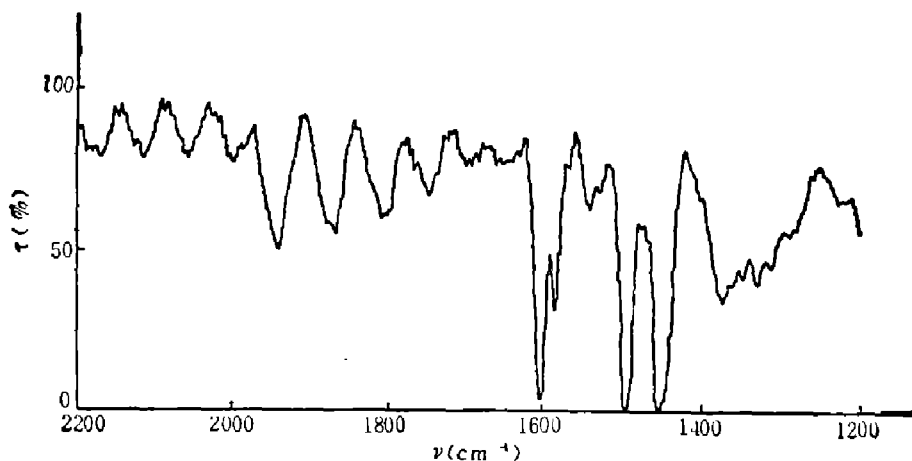


图 7 经减光法改善后部分图 6 的光谱

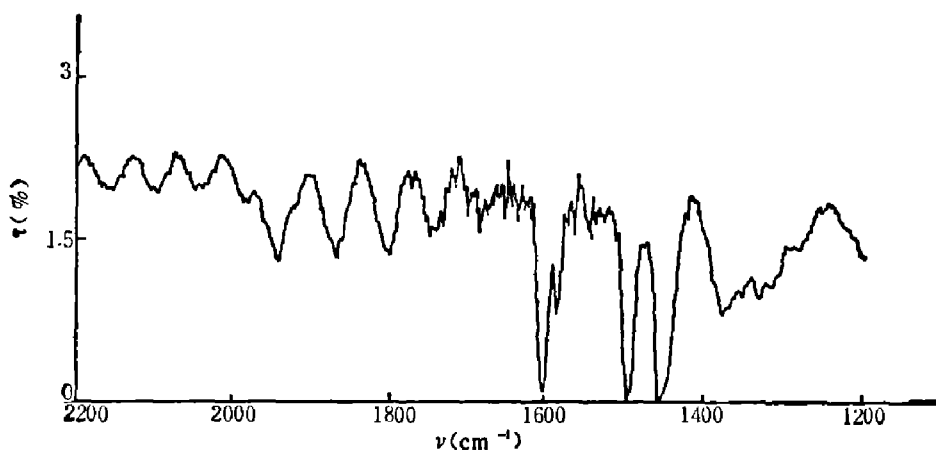


图 8 经纵标扩大改善后部分图 6 的光谱

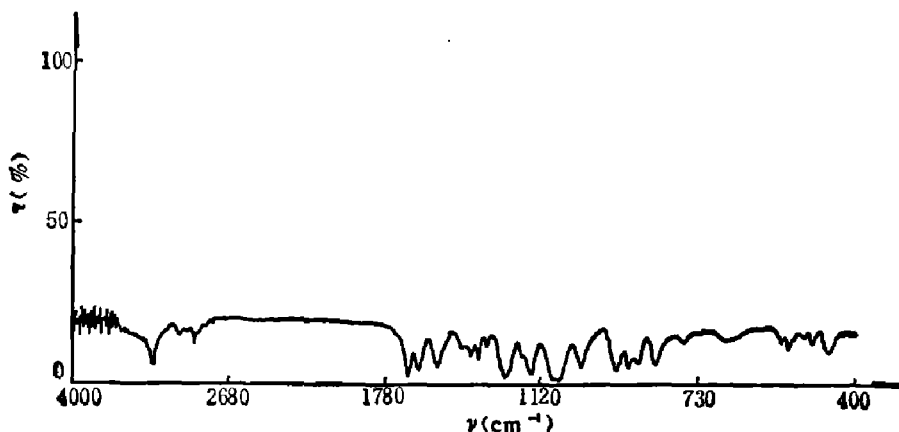


图 9 有机磷低透光样品的 FT-IR 光谱

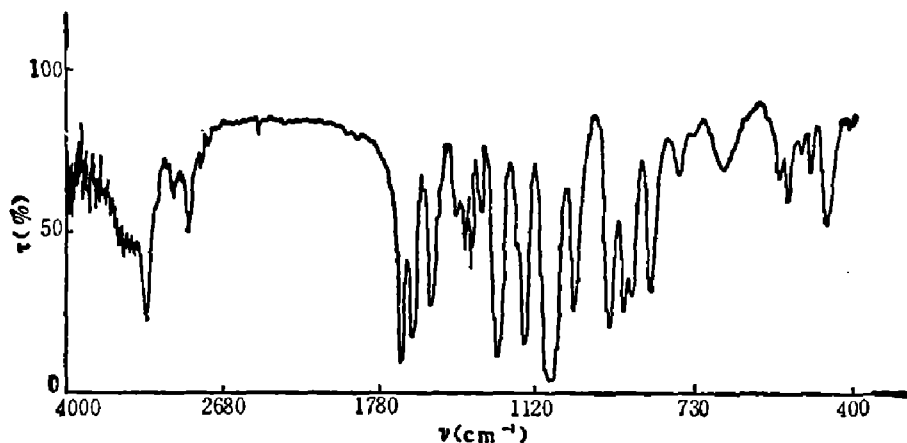


图 10 经减光法改善后图 9 的 FT-IR 光谱

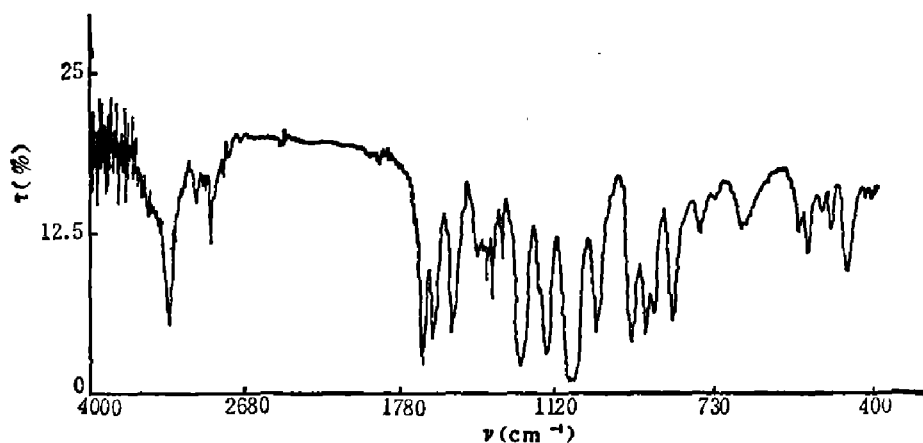


图 11 经纵标扩大改善后图 9 的 FT-IR 光谱

及纵标扩大法实验,结果见图 10 及图 11。由图 10 可见,大气吸收影响很小;由图 11 可见,大气吸收的影响虽然还有,但已不明显,减光法的优越性仍然可见。

### 参 考 文 献

- [1] 荆煦瑛等,红外研究,4(1985),3: 225
- [2] Corish P. J., *J. Appl. Polymers Sci.*, 4 (1960), 86.
- [3] Hort W. W., et al., *Appl. Spectrosc.*, 31 (1977).

## APPLICATION OF INFRARED SPECTRAL ATTENUATION TECHNIQUES IN FT-IR SPECTROSCOPY

JING XUYING, ZHANG MINGJIE, OUYANG TIANMEI  
(Institute of Elemental Organic Chemistry, Nankai University)

### ABSTRACT

The results of using the IR attenuation technique for eliminating the influence of atmospheric absorptions in FT-IR spectroscopy are reported. The advantage of the method is shown by comparing the results with the usual ordinate expansion technique in determination of FT-IR spectra of optically dense materials.