

傅里叶变换红外光谱仪的改造

焦阳^{1,2,*}, 刘春风^{1,2}

(1.哈尔滨工业大学分析测试与计算中心, 黑龙江哈尔滨 150001; 2.哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 黑龙江哈尔滨 150001)

摘要: 本文介绍了对傅里叶红外光谱仪的具体改造过程。设计并制备出入射光与样品之间夹角连续可调的样品台, 实现了材料的红外透过率连续测试。引入外加光源装置, 实现了材料在外加光源的条件下的原位红外光谱测试。

关键词: 傅里叶变换红外光谱仪, 角度连续可调样品台, 外加光源, 原位测试

Renovation of Fourier Transform Infrared Spectrometer

Jiao Yang^{1,2}, Liu Chunfeng^{1,2}

(1. Center for Analysis, Measurement and Computing, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, Heilongjiang China; 2. School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, Heilongjiang China)

Abstract: This manuscript illustrated the transformation process of the Fourier transform infrared spectrometer. A sample stage with continuously adjustable angle between the incoming and outgoing light and the sample was designed and prepared. The continuous measurement for the infrared transmittance was obtained. By introducing an external light source device, in-situ infrared spectroscopy test under external light source conditions was achieved.

Keywords: Fourier transform infrared spectrometer; sample stage with angle adjustable; external light source; in-situ measurement

1 引言

红外光谱属于分子光谱, 是确定分子组成和结构的有利工具。根据未知物红外光谱中吸收峰的强度、位置和形状, 可以确定该未知物分子中包含何种基团, 从而推断该未知物的结构。傅里叶变换红外光谱仪具有高灵敏度、波数准确和重复性好等优点。可用于分析块体、薄膜、粉末和液体等样品, 广泛应用于材料、化工、医药、环境、交通、农业、宝石鉴定、文物和公检法等领域部门。

红外透过率是材料光学性能重要参数之一^[1, 2]。在测试固体样品的透过率时，需要使用样品台来支撑样品，现有的仪器内样品台仅包括支撑背板和支撑圆柱。红外光垂直射向样品室，使得现有样品台只能测量一个角度下材料的红外透过率，无法实现材料的多角度红外透过率连续变化测试，这限制了红外光谱仪的应用。

为了进一步提高树脂材料体系的交联度，从而提高力学性能，可通过加热的方式或者引入紫外光源照射等方法对树脂材料进行后处理^[3, 4]。为了表征不同固化阶段的树脂官能团的变化情况，需要使用傅里叶变换红外光谱仪进行测试。然而，通常的仪器无法实现树脂材料在紫外光照条件下的红外光谱原位测试。

本文通过对傅里叶红外光谱仪的样品台进行改造，调节样品与入射光之间的角度，从而实现了材料的多角度红外透过率连续变化测试。通过引入紫外光源照射样品，实现了材料在外加光源条件下的红外光谱原位测试，拓宽了红外光谱仪在材料领域的应用。

2 红外光谱仪的改造

2.1 样品台改造

为了解决样品与入射光之间夹角连续可调的问题，设计并制备了一种角度精密可调型傅里叶红外光谱仪样品台。样品台的组件包括固定端板、旋转端板、定位调节螺杆、连接杆、支撑圆柱和调节挡块，如图 1 所示。其中，固定端板为长方体，并且在长方形面内设有一个圆形孔，直径为 19 mm。旋转端板为长方体，同样在长方形面内设有一个圆形孔，直径为 19 mm，圆孔的下方设有圆弧形支撑台，起到支撑样品的作用，支撑圆弧台垂直于旋转端板。固定端板与旋转端板之间靠定位调节螺杆和连接杆进行连接，且连接杆和定位调节螺杆互相垂直。

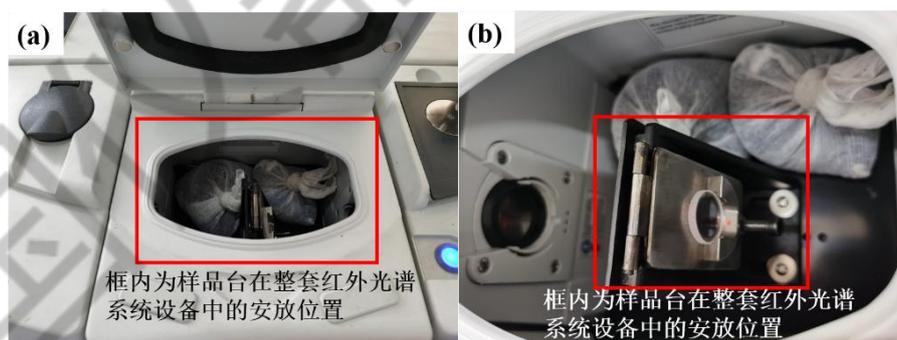


图 1 样品台在傅里叶变换红外光谱仪中的安放位置

连接杆和定位调节螺杆的安装方式如下：组装好的固定端板和旋转端板放置在样品仓内（如图 2 所示），其中，固定端板插在固定的样品台架上，样品放置在旋转端板上，靠下方圆

弧台来支撑。连接杆没有螺纹，起到连接固定端板和旋转端板的作用。定位调节螺杆设有螺纹和调节挡块，用于精密调整旋转端板与固定端板之间的倾角。调节挡块用于固定旋转端板。利用倾角仪准确读出旋转端板与固定端板之间的夹角。红外光透过旋转端板上的样品，到达样品仓左侧的检测器，从而测出样品多角度下的红外透过率。

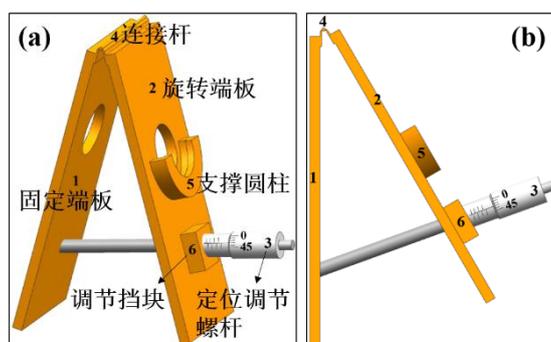


图 2 样品台的示意图

以氟化钙窗片和溴化钾窗片为例，测试了窗片与红外入射光呈不同角度时，即在不同角度下的红外透过率，如图 3 所示。从图中可看出，随着样品与入射光之间角度的增加，样品的透过率增加。此外，当夹角为 90 度时，样品的透过率达到 90% 以上。样品的红外透过率曲线在中红外范围内(4000-400 cm^{-1})基本保持水平，这表明样品的红外透过率不会随着入射光波长的变化而发生变化。材料的红外透过率可能与其内部的位错密度和夹杂密度等有关。

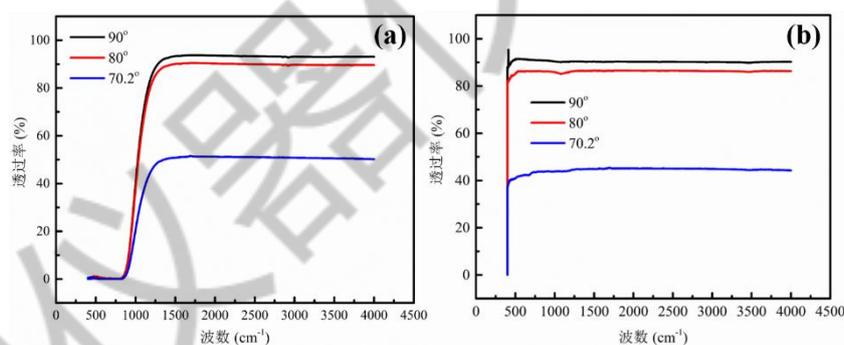


图 3 (a) 氟化钙窗片在中红外范围内的红外透过率；(b) 溴化钾窗片在中红外范围内的红外透过率

2.2 引入外加光源

如图 4 所示，打开傅里叶变换红外光谱仪的上盖，在仪器侧方加入紫外光源，调整外加光源位置，使其只照射到样品上，而不损坏仪器。固定好外加光源位置后，先将两片 KBr 窗片放置在样品台上进行背景测试，而后再将粘稠态样品涂在两片 KBr 窗片之间，进行样品测试。

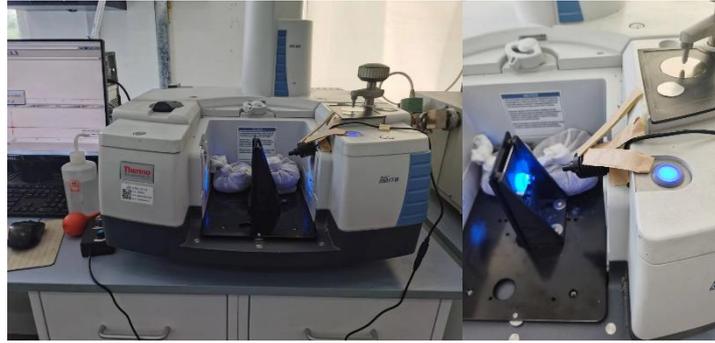


图 4 外加紫外光源在傅里叶变换红外光谱仪上的位置

对树脂材料进行紫外光照条件下原位红外光谱测试，结果如图 5 所示。首先是对两片 KBr 窗片进行背景测试，点击测试软件上的 series；而后对窗片之间的样品进行测试，测试样品官能团在紫外光照条件下随着时间的变化，来表征树脂的固化过程。如图 5a 所示，随着测试时间的延长，氨基甲酸酯中的特征峰和丙烯酸酯中的特征峰强度随之减弱。同时，从图 5b 中也可以看出两种树脂随着时间的延长在逐渐固化。

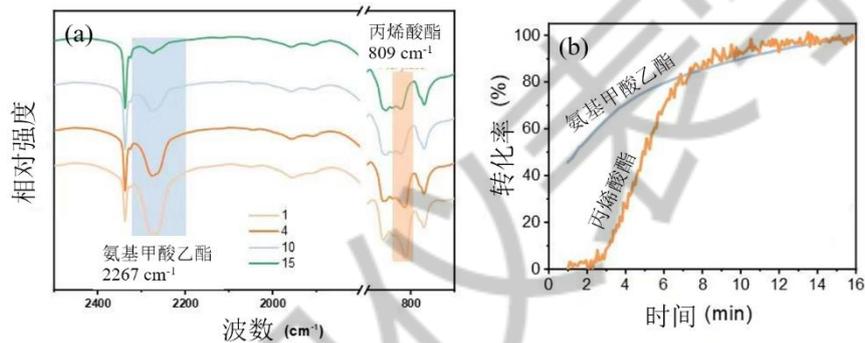


图 5(a) 树脂材料的红外光谱图；(b) 树脂随着时间的转变率

3 结论

设计并制备了角度精密可调型傅里叶红外光谱仪样品台，获得了材料在连续可变多角度条件下的红外透过率。引入紫外光源，对材料在紫外光照条件下进行了原位红外光谱测试，拓宽了傅里叶红外光谱仪的应用。

参考文献:

- [1]张继军, 王林军, 闵嘉华,等. $Cd_{1-x}Mn_xTe$ 晶体衬底的红外透过性能[J]. 红外与毫米波学报, 2012, 31(02): 113-117.
- [2]卢灿华, 刘乾坤, 王志涛, 等. CVD 单晶金刚石的制备及红外性能研究[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2020, 40(06): 20-24.

[3]冷宠, 吴大鸣, 丁超,等. 紫外光固化制备透明丙烯酸超亲水薄膜[J]. 塑料, 2019, 48(05): 11-14+18.

[4]简鹏, 徐亮, 石钟秀, 等. 聚氨酯丙烯酸酯的合成及其对紫外固化医用导电压敏胶性能的影响[J]. 化工新型材料, 2018, 46(08): 251-256.

中国仪器仪表学会