



JY/T001-1996

傅里叶变换红外光谱方法通则

JY/T 001—1996

General rules for Fourier transform infrared spectrometer

1 范围

本通则规定了傅里叶变换红外光谱仪近红外、中红外、远红外波段的定性、定量分析方法。适用于各种类型的傅里叶变换红外光谱仪。

2 引用标准

GB8322—1987 分子吸收光谱法术语

GB6040—1985 化工产品用红外光谱定量分析方法通则

3 定义

本通则采用如下定义。

3.1 迈克尔逊干涉仪 Michelson Interferometer

由相互垂直的动镜、固定镜和分束器组成,移动动镜能产生明暗相间的干涉条纹。

3.2 干涉图 Interferogram

一般指由于干涉仪产生的明暗相间的干涉条纹,在傅里叶红外光谱仪(以下简称 FTIR)中指由迈克尔逊干涉仪获得的光源的复合光干涉图,其形态是零光程差极大、两边迅速衰减的对称图形,干涉图包含了入射光源光谱的全部信息。

3.3 分束器 Beamsplitter

为一半透膜,它可使入射光 50%透射,50%反射。

3.4 傅里叶变换红外光谱仪(FTIR) Fourier Transform Infrared Spectrometer

利用干涉调频技术和傅里叶变换方法获得物质红外光谱的仪器。

3.5 衰减全反射(ATR) Attenuated Total Reflectance

红外光以大于临界角入射到紧贴在样品表面的高折光指数晶体时,由于样品折光指数低于晶体,发生全反射,红外光只进入极浅的表层,只有某些频率入射光被吸收,另一些则被反射,测量这一被衰减了的辐射就得到样品的衰减全反射光谱。

3.6 漫反射(DIR) Diffuse Reflection

光束入射到粉末状晶体样品时,会产生表面反射、透射、晶体内反射等多重反射,不同方向反射光使样品产生了多向辐射光,即为漫反射,由漫反射技术得到的红外光谱称为红外漫反射光谱。

3.7 镜反射(MR) Mirror Reflectance

在平整的样品表面入射光不能透过样品时,光以一定角度入射到样品表面会产生反射,这种测谱方法称之为镜反射。

3.8 红外发射光谱(EMP) Infrared Emission Spectroscopy

样品被加热时产生红外辐射,测量其红外辐射,即为红外发射光谱。

3.9 气相色谱-傅里叶变换红外光谱联用技术(GC/FTIR) Gas Chromatography—Fourier Transform Infrared Spectrometer

把气相色谱仪通过接口与傅里叶变换红外光谱仪相连,利用气相色谱的高效分离功能和傅里叶变换红外光谱的结构分析能力,对混合物进行分析鉴定的技术。

3.10 高效液相色谱—傅里叶变换红外光谱联用技术(HPLC/FTIR) High Performance Liquid Chromatography—Fourier Transform Infrared Spectrometer

把液相色谱仪通过接口与傅里叶变换红外光谱仪相连,利用液相色谱的高效分离功能和傅里叶变换红外光谱的结构分析能力,对混合物进行分析鉴定的技术。

3.11 傅里叶变换红外光声光谱(PAS/FTIR) Fourier Transform Infrared Photoacoustic Spectroscopy

调制的红外光入射到置于密封光声池中的样品上,样品选择性吸收红外光表面被加热引起表面空气层振动产生声波,声波为微音放大器接收转换为红外吸收信号,称为傅里叶变换红外光声光谱。

3.12 傅里叶变换显微红外(MIC/FTIR) Fourier Transform Infrared Microscopy

利用红外显微镜测量微量样品或样品微区的傅里叶变换红外光谱,称为傅里叶变换显微红外。

3.13 傅里叶变换高压红外(HP/FTIR) High Pressure Fourier Transform Infrared Spectrometer

使用特殊材料制成的高压样品池,把样品在高压下制样测量,获得样品傅里叶变换红外光谱。

3.14 傅里叶变换红外拉曼光谱(Raman/FTIR) Fourier Transform Infrared Raman Spectroscopy

用激光束照射样品产生喇曼散射,喇曼散射光为傅里叶变换光谱仪接收检测,获得的光谱称为傅里叶变换喇曼光谱。

3.15 拼和溶剂技术 Split solvent technique

利用溶剂的红外透明区,多种溶剂分别溶解试样,分段测量,组成一张完整的无溶剂吸收谱带的样品的红外光谱图的技术。

3.16 其他所用术语按 GB8322—1987 分子吸收光谱法术语

4 方法原理

分子的每一运动状态都具有一定能量,它们分别是:转动能、电子的运动能、组成分子的原子振动能和平动能。当红外辐射与物质分子有选择性地相互作用时,分子就吸收或发射一定频率的红外辐射。振动能级的吸收或发射对应于中红外、近红外波段;转动能级的吸收和发射在远红外波段;红外光谱仪就是记录这种吸收或发射电磁波的仪器,得到的是以等间隔波数为横坐标、吸光度或透过度为纵坐标表示的谱图即红外光谱图。不同物质对红外辐射的吸收不同,其红外光谱图也不相同;吸收光谱的谱带强度服从朗伯—比尔定律,这些便是红外光谱进行定性定量及物质结构分析的理论根据。发射光谱是以样品为红外辐射源,来测量样品的红外发射光谱。发射强度取决于发射温度和物质结构。物质的发射谱带同样也是吸收谱带。利用物质吸收或发射红外光谱原理,可以对物质进行定性定量及结构分析。

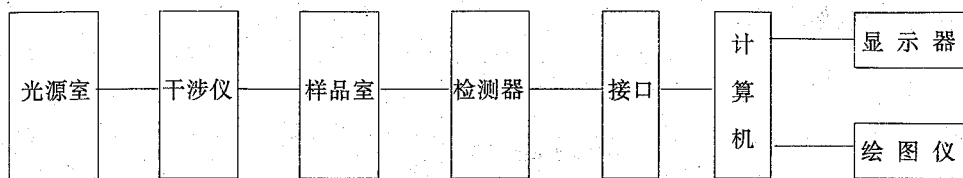


图1 傅里叶变换红外光谱仪结构框图

5 试剂、材料

各波段红外光谱分析常用化学试剂、红外窗口材料见附录 A、附录 B。

6 仪器

6.1 仪器组成

从红外光源发出的红外光,经迈克尔逊干涉仪干涉调频后入射至样品,透过(或反射)后到达检测器,透过光包含了样品对每一频率的吸收信息,将检测器检测到的光强(干涉图)信号输入计算机进行傅里叶变换处理,结果以红外光谱图的形式输出,并由计算机通过接口对仪器(光学台)实施控制。

6.1.1 光源室

由红外发光元件提供红外辐射。由于每种光源只能发射具有一定强度、有限波段范围的光,因此测定不同波段的光谱时需要选择相对应的光源。

表 1 是各波段常用的几种红外光源。

表 1 几种常用红外光源

类 型	使用范围(cm^{-1})	特 点
碘 钨 灯	24000~4500	功率大、能量高、寿命长、稳定性好
硅 碳 棒	15000~50	功率大、能量高、范围宽、水冷却
金 属 丝	4500~400	小功率、风冷却
高压汞灯	100~5	高功率、水冷,适用于远红外

6.1.2 干涉仪

干涉仪是 FTIR 的最重要的组成部分,通常采用的是迈克尔逊干涉仪(图 2)。由一组反射镜和分束器组成。仪器的波段范围也和分束器类型有关,常用分束器见表 2。

6.1.3 样品室

放置样品的池、架或附件的空间单元。

样品池窗口材料应具有红外高透明性;常用窗口种类和波段范围见附录 B。

各类附件及功能按 6.1.6、6.1.7、6.1.8。

6.1.4 检测器

傅里叶变换红外光谱仪要求检测器响应速度快,灵敏度高,测量波段宽,且有较好的检测