

## 安捷伦手持式 ExoScan 4100 FTIR 外接漫反射探头的应用

用于地质学、纺织品、涂料和塑料制品的原位无损检测分析

### 应用简报

#### 作者:

John Seelenbinder, 安捷伦科技,  
康涅狄格州, 美国



### 摘要

针对其它手持式 FTIR 难于分析的样品, 安捷伦 4100 ExoScan FTIR 光谱仪外接漫反射探头可以充分实现样品的原位无损定性和定量分析。高光学收集效率和长景深设计更有利于其针对地质学、纺织品、涂料和塑料样品的分析, 克服了镜面反射、衰减全反射和掠射角反射技术带来的难题。



**Agilent Technologies**

## 前言

安捷伦 4100 ExoScan FTIR 光谱仪是一款可以实现红外 (IR) 光谱分析的手持式仪器，这使得许多需要进行现场原位无损红外分析的应用成为可能，如复合材料热损伤和光照损伤的分析、阳极氧化涂层的定性和厚度测量、首件定性、油画鉴定、表面污染物分析以及薄层涂料的厚度测量等。

4100 ExoScan FTIR 可外接如下几种探头：

- 镜面反射探头，适用于涂层厚度和镜面反射率测定；
- 钻石衰减全反射探头，适用于较软材质和液体材料的定性分析；
- 掠角反射探头，适用于金属表面薄涂层或污染物的分析测定

安捷伦还为 4100 ExoScan FTIR 配置了漫反射探头，这使得手持红外的应用范围变得更加广泛。

按照斯涅尔反射定律，当光线照射到一个物体表面时，其中一部分光线会直接与入射光相同的法线角度反射；该现象通常被称为镜面反射。对于如镜面一样光滑的表面，超过 90% 的光线会发生镜面反射。对于非镜面表面，反射光的角度是无序的，这种现象成为漫反射。

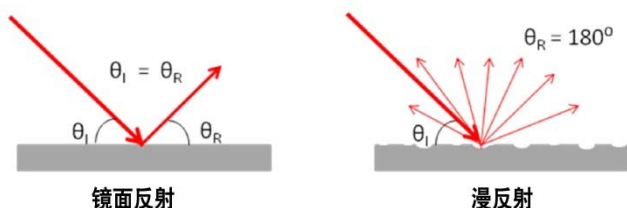


图 1. 镜面反射与漫反射的示意图

Fuller 和 Griffiths 于 1978 年首先提出了在实验室 FTIR 光谱仪上利用漫反射原理测定红外光谱的附件 [Fuller and Griffiths, Anal. Chem., 50, 1906 (1978)]。该附件令入射光垂直照射到样品表面上，并通过一个椭圆形的镜子收集漫反射光。从那时起，多种多样的漫反射附件被应用于实验室光谱仪上。在近红外区，漫反射光谱是分析固体样品的主要手段。

安捷伦设计了一款与手持式 4100 ExoScan FTIR 光谱仪联用的漫反射探头附件。4100 ExoScan 的接口使用一个透镜使入射光垂直照射样品，然后收集同轴的光束。这与 Fuller 和 Griffiths 最初的设计相似，但是它利用折射光原理使光束沿入射光同轴方向返回。图 2 为 4100 ExoScan 漫反射光学原理示意图。



图 2. 漫反射探头附件采用广角设计实现了高效漫散射光的收集。另外，慢聚焦使得景深更大，这样即使样品离光束焦点有几毫米远也可以实现数据采集。这两个特点使手持红外对表面不平整或不光滑的真实样品的检测分析变得非常容易。

## 应用实例

### 样品鉴定

具有漫反射接口的 4100 ExoScan FTIR 可以从多种类型的样品表面上采集到高质量的数据。采样的简便性和高质量的数据可以很容易使我们在很短的测定时间内完成样品的鉴定。纺织品、塑料制品和地质样品是平常难于检测的三种样品，但采用带有漫反射探头的 4100 Exoscan 手持式红外可以很轻松地对他们进行定性分析。

### 矿物材料定性分析

矿物材料的现场定性分析是地质学的一个重要分支。许多矿物可以通过其红外光谱进行定性分析。由于矿物中含有硅酸盐、碳酸盐、氧化物、硫酸盐和其它多原子基团物质，它们的共价键可产生强 IR 吸收峰。这些 IR 谱图的吸收峰位置取决于矿物组分的分子结构；另外，由于矿物的晶体结构也会导致特征峰的位置发生变化。所以，红外光谱是一种对矿石材料进行定性分析的有效手段。即使矿石材料的元素组成相同，只要分子结构或晶体结果不同，也可以通过红外谱图将它们区分开来。

图 3 为三种矿物的光谱图，分别为 锌铁矿、硅钙铅锌矿和硅锌矿。这些谱图是从天然岩石上使用带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 直接测定的。谱图采集的条件为  $8\text{ cm}^{-1}$ ，扫描 32 次，用时 8 秒。这些材料的光谱图具有明显的差异，可以通过谱图检索快速的进行定性分析。从谱图中可以看出，均含硅酸锌的硅钙铅锌矿和硅锌矿的光谱图之间有很大差异。

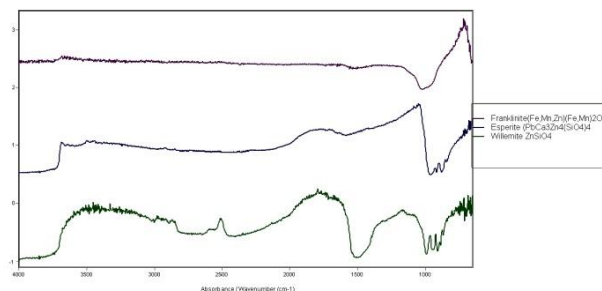


图 3. 采用带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 测定锌铁矿、硅钙铅锌矿和硅锌矿的红外谱图。

图 4 为用带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 现场测定的方解石、针硅酸钙铅矿和硅灰石的谱图。这些光谱图的测定使用与图 1 相同的仪器参数，从谱图中，可以清晰的分辨出三种矿石。

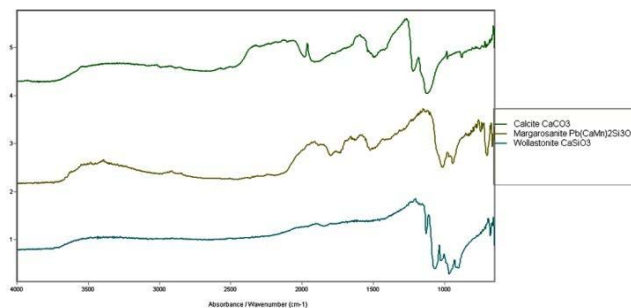


图 4. 采用带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 测定方解石、针硅酸钙铅矿和硅灰石的红外谱图。

图 3 和 4 的谱图中均含正峰和负峰。负峰是由于矿物的高摩尔吸光系数造成的。在反射测试中，强吸收带表现为负峰。在实验室分析样品，会通过将样品粉碎研磨并混入无红外吸收的基质溴化钾来消除负峰。而在现场测定的环境下，则不具备前处理样品的条件。因此，反射光谱是直接测定的。虽然这产生了非常规的数据，但这些光谱仍然具有所测样品的特征。这意味着我们可以建立相应的反射光谱数据库，其测试效果与在实验室内完成的测试效果是一致的。

## 塑料制品定性分析

与上文提到的矿物学定性分析相同，带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 也可用于多种合成材料的定性分析，如塑料制品和纺织品。在生产过程中，对原材料和成品的进行定性分析是非常重要的一个环节。原材料的采购来源不定，即使对于最佳的供应商，材料也可能偶然被贴错标签或者装运错误。对于建造中需要特殊材料的关键应用，新到材料的认证可有效防止出现报废零件以及由于使用不当生产的零件可能造成的事故。

使用中红外光谱可以快速地完成原材料的定性分析。然而，到目前为止大部分光谱分析还是在实验室中完成的。手持式 IR 光谱仪的开发，如带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR，现在已能够实现原料的现场检测及分析。带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 不仅可以对原材料进行定性分析，同时还能对成品进行质量检测。其长景深设计可以使漫反射装置测定具有不同形状样品，且在测试成品的过程中，无需对样品进行前处理，可完全实现无损检测。

例如，某客户有四种不同的聚合物涂层。虽然看起来这些涂层很难测定，但它们的耐气候影响及涂料粘附力性质却不同。图 5 为客户根据自己的实际应用，在安捷伦 MicroLab 软件上建立数据库后进行谱库检索的结果。分析这样一个成品样品，用时在 15 秒内。



图 5. 聚合物涂层成品的谱库检索结果

## 定量测定——地质学

除了通过数据库检索对矿物和土壤样品进行定性外，带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 还可以对矿物样品中的组分进行定量分析。如上所述，许多矿物具有强吸收峰，并在 1500  $\text{cm}^{-1}$  以下产生负峰。当然，大多数矿物在高频段有其它吸收峰出现，这些峰可用于样品的定量分析。

土壤中硫酸盐的测定是某些道路建设的关键。过多的硫酸盐会导致整个路面翘曲变形。尽管采用实验室技术易于测定样品，但要准确规划出道路位置的模拟图就需要以极近的间隔采样。这将导致实验室中积存大量的样品，并拖延了建设的进程。带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 上已经建立了关于测定土壤中的硫酸盐含量的方法，10 秒内就能完成一个样品数据的采集，这使得道路位置的模拟规划即快速又准确。图 6a 为采用带漫反射探头的 4100 ExoScan 测定含不同含量硫酸盐土壤样品的光谱图。虽然由于强吸收峰的存在使 1000 到 1200  $\text{cm}^{-1}$  之间主要的硫酸盐谱带为负峰，但接近波数 2200  $\text{cm}^{-1}$  的倍频峰是呈线性的。图 6b 为 2200  $\text{cm}^{-1}$  谱带的峰面积与相应硫酸盐浓度回归的校正曲线。

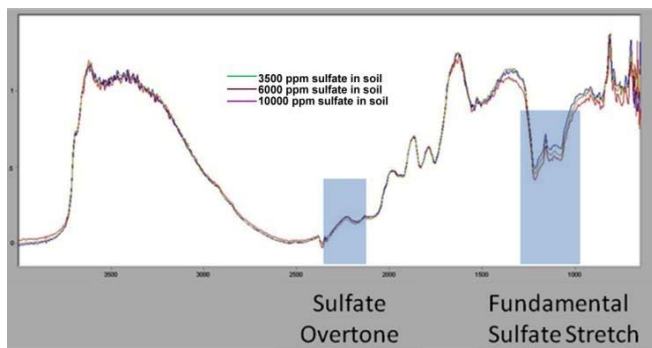


图 6a. 含 3500、6000 和 10000 ppm 硫酸盐土壤样品的谱图

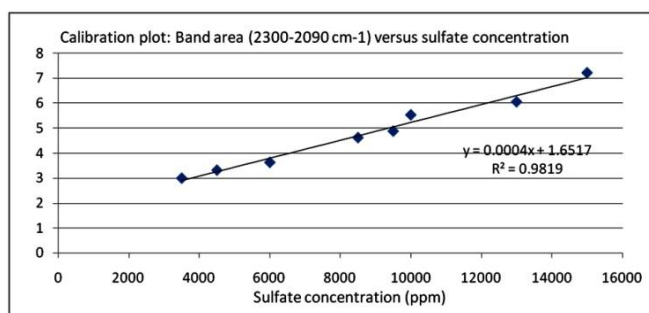


图 6b. 2200 cm<sup>-1</sup> 处硫酸盐倍频峰与浓度相关的校正曲线

在第二个例子中，开发了一个关于 4100 ExoScan FTIR 外接漫反射探头同时测定土壤中五种矿物以及有机物相对含量的方法。该方法可用于测定土壤中的碳酸盐、石英、三水铝矿、高岭石、石膏和有机物。利用不同的谱带，样品测试一次便可以同时实现各种组分的定量分析。图 7 为采用该方法分析的结果在 MicroLab 软件上显示的示例。



图 7. 土壤样品中 6 种成分的定量分析结果

## 结论

带漫反射探头的 Agilent 4100 ExoScan FTIR 令使用手持式红外光谱仪分析复杂的样品成为了可能。其定性和定量方法的实用性已通过传统上难于现场测定的样品进行测定而得到证明。高效采集透镜和长景深的设计，使带漫反射探头的 4100 ExoScan FTIR 易于使用，且非常适用于分析表面粗糙的样品。性能优良的光学探头与 4100 ExoScan 主机搭配使用，实现了手持式微型红外光谱仪现场无损检测分析的应用。

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

©安捷伦科技（中国）有限公司，2010 - 2011

2011年5月1日出版

出版号 5990-7793CHCN



**Agilent Technologies**