

外界光对 ZnCl_2 溶液激光拉曼光谱的影响

刘文涵, 张丹, 吴小琼, 郑建珍

浙江工业大学化学工程与材料学院, 绿色化学合成技术国家重点实验室培育基地分析测试中心, 浙江 杭州 310032

摘要 对 ZnCl_2 溶液在不同外界环境光存在下的激光拉曼光谱的影响进行了探讨。研究表明不同的外界环境光, 自然光和室内荧光灯光, 都会对拉曼光谱产生干扰效应, 存在着特征谱线, 倒峰或尖锐正峰。虽干扰表现不同, 但都有影响, 不能忽略。因此, 在进行溶液拉曼光谱检测时, 需在暗室或暗罩中进行, 以完全隔离外界环境光的影响。

主题词 激光拉曼光谱; 仪器条件; 环境光; 测定影响; ZnCl_2

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2006)11-2043-03

引言

激光显微拉曼光谱是一种与红外光谱有着一定互补性的新型无损检测仪器, 可进行微区分析, 亦可用于固体、溶液等形态的多种无机材料和有机物质的结构组成分析。但我们在进行 ZnCl_2 溶液分析测试时发现, 外界环境光的存在对测定有一定的影响, 不同的光源会产生不同的干扰效应^[1-3]。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

LabRAM HR UV 激光显微拉曼光谱仪, 法国 JOBIN YVON 公司。

激发光源: 632.81 nm He-Ne 激光器, 17 mW; 光栅: $600 \text{ l} \cdot \text{mm}^{-1}$ (1; lines)。共焦孔径 $150 \mu\text{m}$, 物镜: 50 倍长焦距镜头。

二氯化锌溶液: 用 ZnCl_2 分析纯试剂配成 $2.50 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的试验液。超纯水 ($18.3 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)。

1.2 实验方法

将 ZnCl_2 标准溶液盛于小型玻璃容器中, 放在载玻片上, 置于激光显微拉曼光谱仪的载物台于物镜的视野下, 通过微机屏幕上的影像窗口调整焦距于溶液表面, 测定不同外界环境光线条件下的激光拉曼光谱图。自然光是利用中午时窗外阳光射入室内的漫反射间接光线; 荧光灯光是利用仪器上方约 3 m 处的 40 W 荧光灯光; 无环境光是在息灯夜间, 并将拉曼光谱仪的样品载物台及整个仪器前部, 用自制的暗

罩避光保护, 再进行测定。

拉曼光谱信号采集积分时间为 20 s, 积分二次平均。

2 结果与讨论

2.1 自然光存在对 ZnCl_2 溶液的激光拉曼光谱的影响

为了考察外界自然光的影响, 测定了在无外界环境光影响下的 ZnCl_2 溶液的标准激光拉曼光谱, 如图 1 中曲线 1, 可见在 260 cm^{-1} 处有 1 个正峰, 水的 2 个特征峰 3249 和 3420 cm^{-1} 中的 3420 cm^{-1} 峰响应有所加强; 同时 ZnCl_2 溶液本身的荧光背景较强, 在低波数时其背景值在 $1000 \sim 1500$ 单位以上, 并随着波数的提高而下降。这是由于所用的激光光源是 632.81 nm , 检测的拉曼光谱基本在可见光范围。

当有外界自然阳光存在时, 结果表明对激光拉曼光谱有一定的影响, 如图 1 中曲线 2 所示。在自然光的影响下背景明显增加, 同时出现了许多倒峰和毛刺, 倒峰尤以 566 , 1244 , 1891 和 2677 cm^{-1} 群组特别明显。测定中若不注意环境自然光的影响, 将会把自然光引起的谱峰看成是样品本身的谱峰, 则会对结果造成较大的干扰和误判。实验中还发现 2677 cm^{-1} 倒峰群组在水溶液的拉曼谱中经常出现, 这是水溶液在环境自然光影响下造成的, 当排除环境自然光时, 就可以彻底消除。

2.2 荧光灯光存在时的影响

在进行 ZnCl_2 溶液激光拉曼光谱测定时, 室内灯光同样会对拉曼光谱产生影响, 图 2 是室内荧光灯光存在与否时, 对激光拉曼光谱的影响图。从图 2 曲线 2 中可以看到, 由于 ZnCl_2 溶液本身有着较高的荧光背景, 虽然室内灯光亦在可

收稿日期: 2005-12-08, 修订日期: 2006-03-06

基金项目: 浙江省分析测试基金(05E205)资助

作者简介: 刘文涵, 1956 年生, 浙江工业大学化学工程与材料学院, 绿色化学合成技术国家重点实验室培育基地分析测试中心教授

见光谱范围,但对拉曼光谱的背景相对影响不大。但在 $2\,500\sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$ 范围内产生了 $2\,647$, $2\,809$, $3\,069$, $3\,477$, $3\,697$ 和 $3\,750\text{ cm}^{-1}$ 等多处尖锐的向上的正峰;实验另用不打开激光光源不放样品,仅有荧光灯影响,让拉曼光谱仪对空测定,结果表明在较平坦的基线上出现上述这些向上的尖锐峰群。表明这些尖锐峰是由荧光灯直接带来的,而非样品在荧光灯光激发下产生的。

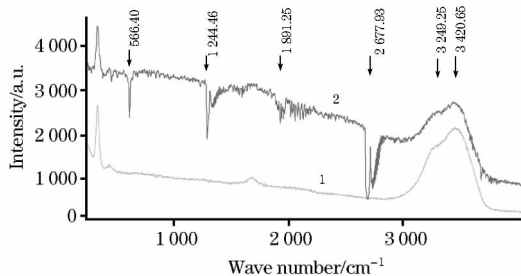


Fig. 1 Influence of natural light on Laser Raman spectrum of ZnCl_2 solution

1: Laser Raman spectrum of ZnCl_2 solution;
2: Existing natural lights

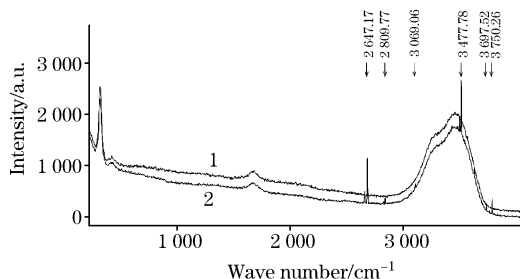


Fig. 2 Influence of indoor lights of fluorescents on laser Raman spectra of ZnCl_2 solution

1: Laser Raman spectrum of ZnCl_2 solution;
2: Existing indoor lights of fluorescences

结果表明,室内荧光灯对激光拉曼光谱存在着一定的影响,若在有灯光的存在下进行测定,将对 ZnCl_2 溶液的激光拉曼光谱产生干扰和影响,同样也会带来测定的误差和误

判。实验还表明当样品池下方桌面上放上白纸或有较强反射光的纸张时,白纸将荧光灯光向上反射进入检测系统,由于增强了检测透镜中的环境荧光灯光的光强,背景和向上尖锐的峰群将会进一步明显增强。

2.3 自然阳光、荧光灯共存时的影响

图 3 是外界环境的室外自然光和室内荧光灯同时存在时,对 ZnCl_2 溶液激光拉曼光谱的影响,图 3 曲线 2 有着更为复杂的干扰影响,结合图 1 和图 2 可以看出是室外自然光(图 1 曲线 2)和室内荧光灯(图 2 曲线 2)两种干扰影响的综合作用,是两种信号影响的叠加,但也可以看出荧光灯中的某些突跃谱线干扰在这里有所抑制。

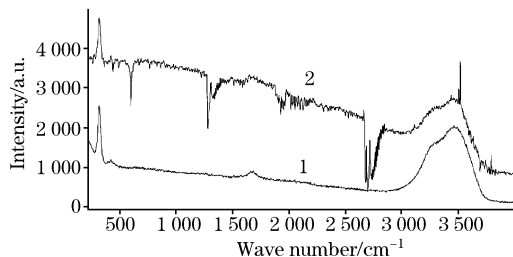


Fig. 3 Influence of environmental light on laser Raman spectra of ZnCl_2 solution

1: Laser Raman spectrum of ZnCl_2 solution;
2: Existing lights of indoor fluorescents and outdoor natural lights

2.4 结论

在进行测定 ZnCl_2 溶液样品或透明样品时,由于环境光不论是自然光还是室内荧光灯都会对拉曼光谱产生一定的影响,这是由于拉曼光谱仪对弱光的检测灵敏度很高,因此,对微弱的环境光有较高的检测灵敏度;而仪器本身是单光路结构,没有环境光自动扣除功能,因而环境光会随着光路进入光谱检测系统,对拉曼光谱产生一定的干扰,在实验时一定要引起重视,建议在测定时须在暗室或暗罩中进行,以完全隔离外界环境光的影响。

当激光拉曼光谱中出现图 1 到图 3 中的干扰特征峰时,应首先考虑是否有外界环境光的影响。

参 考 文 献

- [1] LIU Wen-han, ZHANG Dan, ZHENG Jian-zhen, et al(刘文涵, 张 丹, 郑建珍, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2006, 26(5): 865.
- [2] LIU Wen-han, ZHANG Dan, WU Xiao-qiong, et al(刘文涵, 张 丹, 吴小琼, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2006, 26(7): 1264.
- [3] LIU Wen-han, ZHANG Dan, WU Xiao-qiong, et al(刘文涵, 张 丹, 吴小琼, 等). Journal of Zhejiang University of Technology(浙江工业大学学报), 2006, 33(6): 608.

Studies of Laser Raman Spectra of ZnCl_2 Solution Effected by Environmental Light

LIU Wen-han, ZHANG Dan, WU Xiao-qiong, ZHENG Jian-zhen

College of Chemical Engineering and Material Science, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310032, China

Abstract The laser Raman spectra influenced by environmental light were studied in the determination of ZnCl_2 solution. The environmental light included the natural light from outdoors and the light from indoor fluorescent. The results show that different influences on the laser Raman spectra of ZnCl_2 solution can be produced in different environmental light. There were some characteristic spectral lines, minus peaks or sharpened peaks. These influences cannot be ignored. The determinations of laser Raman spectra must be made in darkroom or in the sheathing or mantle etc.

Keywords Laser Raman spectra; Instrumentation condition; Environmental light; Determination influences; ZnCl_2 solution

(Received Dec. 8, 2005; accepted Mar. 6, 2006)