



中国人民大学化学与生命资源学院

SCHOOL OF CHEMISTRY AND LIFE RESOURCES, RENMIN UNIVERSITY OF CHINA

理化分析测试中心

INSTRUMENTAL ANALYSIS CENTER (IAC)

傅立叶变换真空红外吸收 拉曼光谱系统

Bruker- VERTEX70V/RAM II

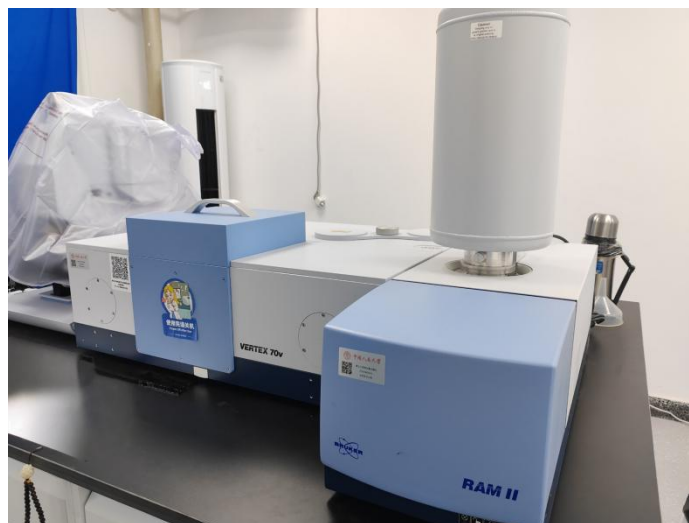
操作指南

制作团队：胡博, 陆照翰, 赵俊凯

指导老师：杨旻

中国人民大学化学与生命资源学院

一、仪器基本信息



仪器照片

1. 仪器型号：Bruker-VERTEX70V/RAM II 傅里叶真空红外吸收拉曼光谱系统
2. 生产厂家：布鲁克(北京)科技有限公司
3. 核心功能：快速测定样品红外吸光度及对入射光的散射情况，用于物质结构鉴定和成分分析，适用于材料性能研究和产品质量控制等化学、材料科学、工业生产等领域。
4. 关键参数：红外部分 VERTEX 70v 可以覆盖从远红外 10 cm^{-1} 到紫外光区 28000 cm^{-1} 的超宽光谱区域；拉曼部分 RAM II 波长范围为 $3600 - 50\text{ cm}^{-1}$ ，激发激光波长为 1064 nm 。
5. 放置位置：激光共聚焦显微镜室（理工楼 107 实验室）
6. 责任人：杨旻

二、操作前准备

2.1 人员要求

- 操作人员需完成 Bruker-VERTEX70V/RAM II 傅立叶变换真空红外吸收拉曼光谱系统专项培训并通过考核，持“仪器操作资格证”预约使用；
- 操作人员进行测试前，需在“中国人民大学大型仪器共享系统”进行预约，并按时上机，结束实验后，根据实际使用情况填写中国人民大学大型仪器使用记录本。

2.2 仪器检查

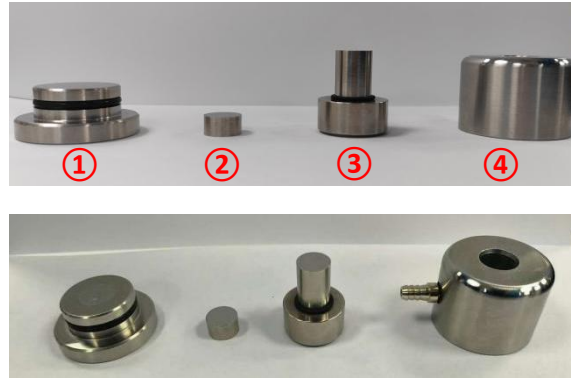
- 外观检查：确认仪器外壳无破损、接口无松动，电源线 / 数据线连接牢固；
- 部件连接检查：查看各部件之间的连接是否正常，有无脱落、错位等情况。
- 光学部件检查：检查光学元件是否清洁，有无污渍、划痕等影响光学性能的问题。
- 异常情况处理：若发现仪器存在外壳破损、部件松动、光学元件有污渍或划痕等异常情况，应及时联系仪器管理人员进行检查和维修，切勿擅自操作。
- 开机条件：在确认仪器外观、部件连接以及光学部件均无异常后，方可进行开机操作。

三、红外系统标准操作流程

3.1 样品准备

说明：3.1.1-3.1.3 为固体样品制备方法；3.1.4-3.1.5 为液体样品制备方法；3.1.6 为气体样品制备方法。本操作文档主要依靠固体样品的压片法制备方式完成，故 3.1.1 篇幅相对较大。

3.1.1 压片法



①底座 ②下压头 ③上压头 ④护套

图1 压片模具示意图

- (1). 将烘干后的样品放入研钵中研细至粉末状，注意保持一个方向（顺时针或逆时针）均匀用力研磨。
- (2). 将底座与护套组装好，再将下压头放入组装好的模具套中。（图2）
- (3). 将研磨好的粉末均匀平铺在下压头上，手压并旋转上压头使试样粉末均匀并铺平。（图3-4）



图2



图3



图 4

- (4). 将模具放到压片机的中心位置，旋转压片机丝杠，使其压紧模具。
- (5). 提起加油孔螺钉，确保加油孔螺钉松开后放下螺钉，拧紧加压阀。
- (6). 摇动压把，开始加压，通常加压至 8-10 MPa（即压力表中间位置）即可停止加压（图 5）。保持压力 1-2 分钟即可松开加压阀，泄掉压力。
- (7). 将模具取下并翻转，取下底座，在压片机中用丝杠将样品顶出。
- (8). 取出样品，并将样品放在磁力架中，吸上磁力片。（图 6）



图 5



图 6

操作注意事项及说明：

- (1). 测定样品应保持干燥，可在研细后置红外灯下烘几分钟使其干燥，否则样品会因吸收水分，对含 N-H 和 O-H 基团的样品分析会造成干扰。
- (2). 样品浓度和测试厚度要适当，太稀或者太薄时，一些弱峰可能不出现；太浓或太厚时，可能会出现平头峰而无法确定峰位置。
- (3). 研磨时应按同一方向(顺时针或逆时针)均匀用力，如不按同一方向研磨，有可能在研磨过程中使样品产生转晶，从而影响测定结果。

一些常见问题及不正常原因分析

不正常现象	原因	纠正方法
整个片子不透明	压力不够，加上分散不好	重新研磨或压片，使其分散均匀，并加大压力，但不要超载
刚压好片子很透明，一分钟或更长时间后出现不规则云雾状浑浊	锭片吸收空气中水汽	可抽真空进行测试，或检查真空度并延长抽真空时间
片子出现许多白色斑点，其余部分是清晰透明的	研磨不匀，有少量粗粒	重新研磨

片子中心出现云雾状	模具压舌面不平整	调换模具或者模具重新抛光
片子中有不规则块状物或全部呈云雾状浑浊	样品或者 KBr 受潮	干燥或延长抽真空时间

3.1.2 糊状法

糊状法是由研细的固体粉末和少量氟化煤油或矿物油(如液体石蜡)调合而成。氟化煤油在 $4000-1300\text{ cm}^{-1}$ 区域是红外透明的，液体石蜡适用于 $1300-50\text{ cm}^{-1}$ 范围，化煤油和石油的光谱也可由差谱方法或在参比光路上补偿除去。它们的吸收谱带见下表:

氟化煤油和石蜡油的吸收谱带

名称	最大吸收峰 cm^{-1}
氟化煤油	1275, 1230, 1196, 1141, 1121, 1094, 1034, 961
	896, 830, 735, 650, 594, 543, 519
石蜡油	2952, 2921, 2896, 2852, 1460, 1378, 721

3.1.3 薄膜法

固体样品制成薄膜进行测定可以避免基质或溶剂对样品光谱的干扰，薄膜的厚度为 $10-30\text{ }\mu\text{m}$ ，且厚薄均匀。薄膜法主要用于聚合物测定，对于一些低熔点的低分子化合物也可应用。成膜法有以下三种:

- (1). 熔融涂膜:适用于一些熔点低、熔融时不分解、不产生化学变化的样品。
- (2). 热压成膜:对于热塑性聚合物或在软化点附近不发生化学变化的塑性无机物，可将样品放在模具中加热至软化点以上或熔融后再加压力压成厚度合适的薄膜。

(3).溶液铸膜:将样品溶解于适当的溶剂中,然后将溶液滴在盐片、玻璃板、平面塑料板金属板、水面上或水银面上,使溶剂挥发掉就可以得到薄膜了。

3.1.4 溶液样品

测定红外时,需要有液体池和一些常用的有机溶剂。注意事项:

(1). 根据实验所需的透明范围、溶液性质等选择液体池的窗片种类,最常用的是 KBr、NaCl 盐片,如果样品是水溶液则可选用 CaF_2 、 BaF_2 、KRS-5 等水不溶性窗片。

(2). 避免水汽侵蚀易溶于水、吸湿性强的窗片。

(3). 液体池要及时清洗干净,不使其被污染。

(4). 尽可能选用极性小的溶剂,避免极性溶质与极性溶剂间会产生“溶剂效应”,使谱图失真。

(5)水溶液样品应先设法脱除全部水分或部分脱水浓缩,然后进行红外测定。脱水时温度不要太高,也不要太高的真空度,以免样品产生化学变化或使挥发性大的样品损失掉。

3.1.5 纯液体样品

(1). 沸点较高且粘度较大的液体样品,可采用液膜法测试。用一不锈钢样品刮刀取少量样品均匀涂抹在一片窗片的表面,在红外灯下或电吹风除去微量水分后即可用于测定。

(2). 沸点低的样品、粘度小且流动性较大的高沸点样品,可以将样品放在两个盐片之间制成一个液膜进行测定。首先滴加一小滴样品

于一片窗片的中央，再压上另一片窗片，依靠两窗片间的毛细作用保持住液层，这样就制成液膜了。

(3).对于易挥发的液体要用液体池或气体池。

(4).一些吸收很强的纯液体样品，如果在减小厚度后仍得不到好的图谱，可配成溶液测试。

3.1.6 气体样品

各类气体池(常规气体池、小体积气体池、长光程气体池、加压气体池、高温气体池和低温气体池等)和真空系统是气体分析必需的附属装置和附件，气体在池内的总压、分压都应在真空系统上完成。光程长度、池内气体分压、总压力、温度都是影响谱带强度和形状的因素。某些气体分子间的氢键对压力、温度也很敏感。通过调整池内气体样品浓度(如降低分压、注入惰性气体稀释)、气体池长度等可获得满意的谱带吸收。多次反射式长程气体池可以获得低浓度的气体光谱， CO_2 、 H_2O 干扰可用差谱法或用与样品池同样长度的空池补偿。

为避免某些气体吸附在气体池上，可以用干燥氮气吹扫或在一定温度下减压除去有些气体如 SO_2 、 NO_2 ，能和碱金属卤化物窗片起反应，要改用 ZnSe 或其它窗片。高压聚乙烯窗口可以测量 $500\text{-}50\text{ cm}^{-1}$ 波段。定量分析时对池内气体样品的分压应准确计量。

3.2 开机

1. 在压片制作完成后，按绿色按钮打开真空泵，然后在 Bruker-VERTEX70V/RAM II 傅里叶真空红外吸收拉曼光谱系统仪器背面打开操作仪器。注意主机需预热 30 min 后方可进行测试。



图 7 真空泵

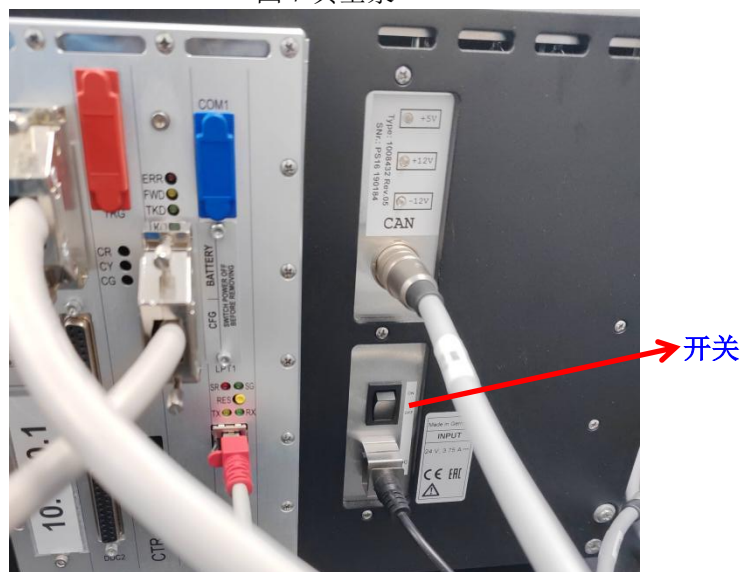


图 8 装置开关

2. 操作 IE 浏览器，搜索网址 <http://10/10.0.1/>，打开装置真空操作系统。

3. 选择 “Direct Control Panel” 选项（图 9），进入真空抽/气界面。选择 “1 Evacuate instrument” 进行抽真空操作，当 “Current state” 显示为 “Evacuated”，“Pressure” 显示为 “0 hPa” 时表示抽真空完成（图 10）。当仪器上方的真空指示灯由红色变为绿色，且状态指示灯为绿色时，可以开始使用仪器（图 11）。

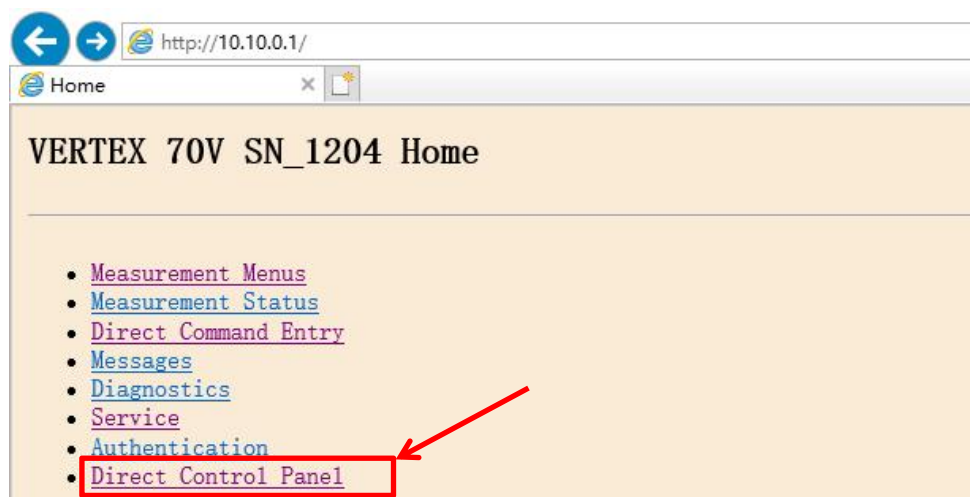


图 9

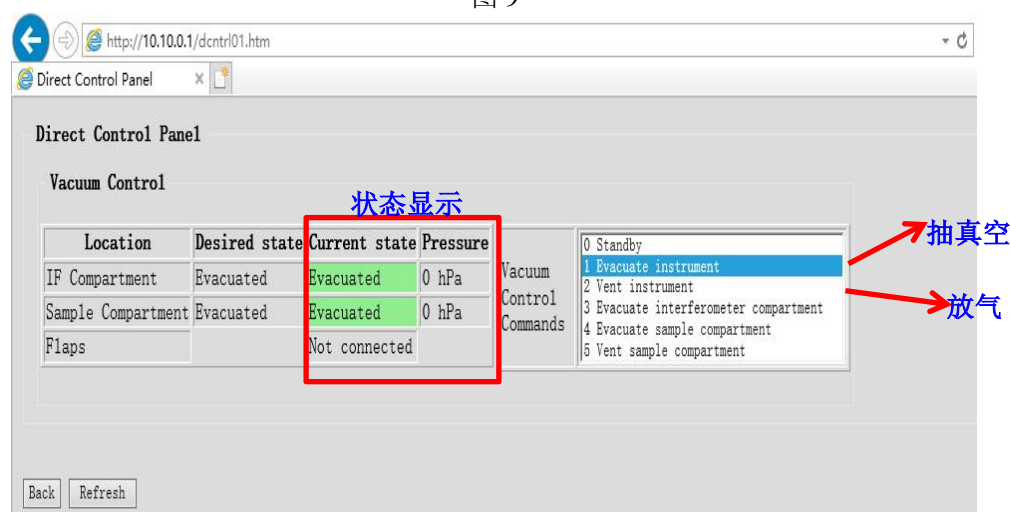


图 10

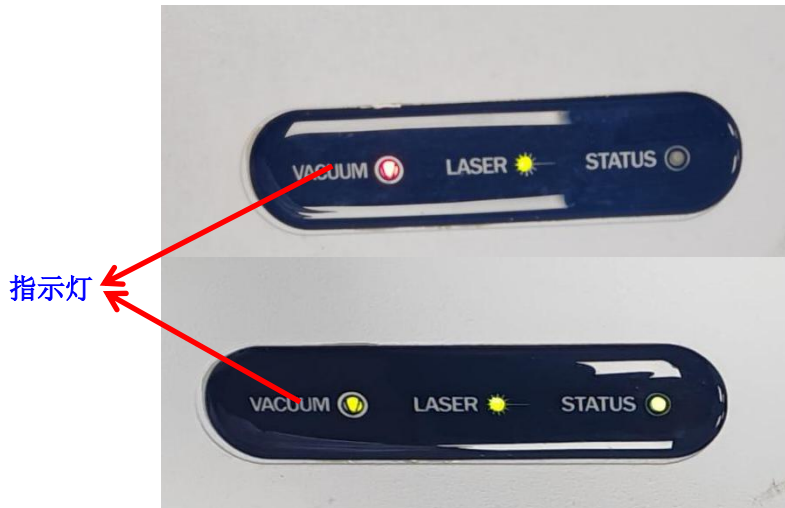


图 11 仪器指示灯

操作注意事项及说明：

Bruker-VERTEX70V/RAM II 傅里叶真空红外吸收拉曼光谱系统装置不使用时需要保持内部真空，因此每次实验结束后需要将装置内部抽真空，再进入“Standby”状态（图 10）。同时每次更换样品时也需要完成放气和抽真空的操作。

3.3 测量操作

打开电脑，桌面打开 OPUS 软件(OPUS 8.7.41)，进入登录界面（图 12），输入口令“OPUS”（均为大写字母），进入软件系统。找到“测量”板块，点击高级测量选项或直接点击高级测量快捷图标（图 13），进入样品测量界面。



图 12



图 13 选择高级测量选项（或快捷图标）

3.3.1 高级设置（图 14）：

1. 测量参数：根据测试所选的检测器，调入合适的测量方法，如选择傅里叶真空红外所需的“MIR_TR.XPM”参数。
2. 命名文件和确定路径。
3. Resolution: 分辨率，决定了红外光谱仪能够区分相邻谱峰的能力，单位一般是 cm^{-1} 。数值越小，分辨率越高，能够分辨出更细微的光谱特征，但测量时间可能会增加。例如，设置为 4 cm^{-1} 时，比设置为 8 cm^{-1} 能更精细地呈现光谱细节。
4. 样品扫描时间：足够的扫描时间可以确保仪器对样品的红外响应进行充分采集，避免因采集时间过短而遗漏一些重要的光谱特征。特别是对于一些具有复杂结构或较慢响应过程的样品，较长的扫描时间有助于获得更完整、准确的光谱数据，从而更可靠地分析样品的化学组成和结构信息。过长的扫描时间会降低测量效率，增加整个实验的时间成本。在需要处理大量样品时，就需要在保证光谱质量的前提下，合理设置扫描时间。
5. 背景扫描时间：合适的背景扫描时间能保证背景光谱的准确性，从而更有效地去除背景干扰，有助于提高测量的精度，使得到的样品光谱更能真实反映样品本身的红外吸收特性。背景扫描时间过短，可能无法充分采集到环境干扰信号，导致背景扣除不彻底；而扫描时间过长，虽然能更全面地采集背景信息，但也会增加测量的时间成本。

6. 波数范围：用于设定测量的红外光的波数区间，单位是 cm^{-1} 。例如，设置起始波数为 400 cm^{-1} ，终止波数为 4000 cm^{-1} ，则仪器只采集该波数范围内的红外光谱信息。

7. 结果谱图：选择谱图类型，包括透波率、吸光度等。

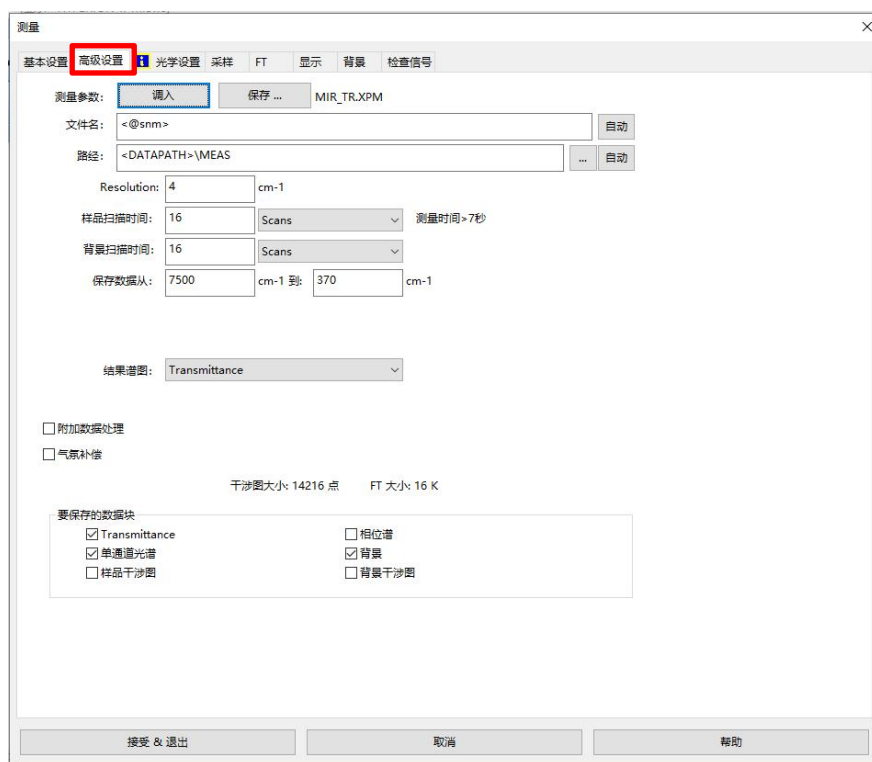


图 14

3.3.2 光学设置（图 15-16）：

1. 光源设置：选择红外光源类型，如“MIR”（中红外，Mid-Infrared），表明使用中红外波段的光源。不同的光源适用于不同的光谱范围和测量需求，中红外光源常用于检测分子的振动和转动能级跃迁，是红外光谱分析的核心光源类型。

2. 分束器：分束器是傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR）的关键部件，用于将入射红外光分成两束。本机使用“KBr”分束器，KBr对中红外光具有良好的透光性，能在中红外区域（通常 $400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$ ）高效地分束红外光，保证光谱测量的准确性和灵敏度。

3. 附件：选择用于样品测量的附件类型，“任何”表示不限制特定附件，可根据实际连接的附件（如透射池、反射附件、衰减全反射

附件等）自动适配或手动选择。不同附件适用于不同形态（气态、液态、固态）和不同测量模式（透射、反射、衰减全反射等）的样品。

4. 测量通道：指定样品测量时红外光的传输通道，“Sample Compartment”表示样品仓通道，即红外光通过样品仓中的样品进行测量，确保光与样品充分作用，采集样品的红外吸收信息。

5. 检测器设置（图 16）：选择检测器类型，“RT-DLaTGS [Internal Pos.1]”表示使用室温氘化硫酸三甘肽（Deuterated L-Alanine Triglycine Sulfate, DLaTGS）检测器，且位于内部位置 1。RT-DLaTGS [Internal Pos.1] 和 LN-MCT Mid Internal Pos.2] 为红外测试系统，LN-Ge Diode [RAM 2 Pos1] 为拉曼测试系统。注意，在使用所有检测器主机时都需要先将机器预热约半小时。

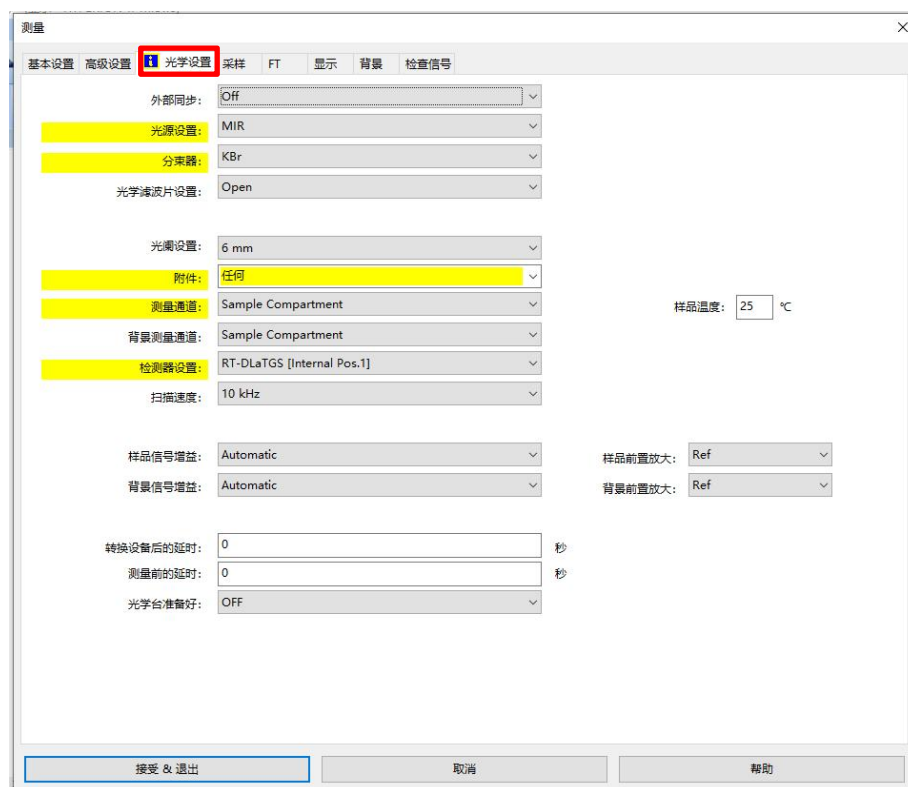


图 15

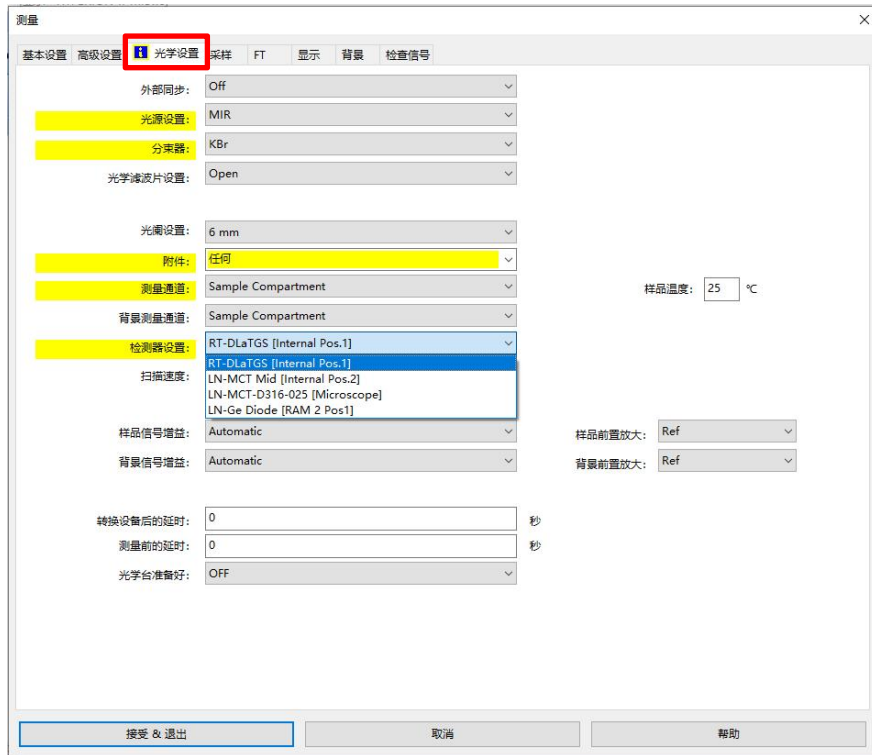


图 16

3.3.3 背景及样品单通道光谱测量

1. 背景光谱测量



图 17

2. 样品光谱测量



图 18

3. 光谱测量结果

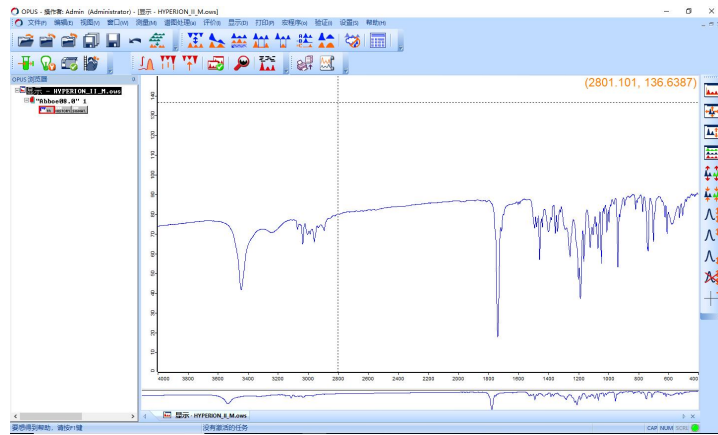


图 19

四、数据处理

谱图处理选择界面：

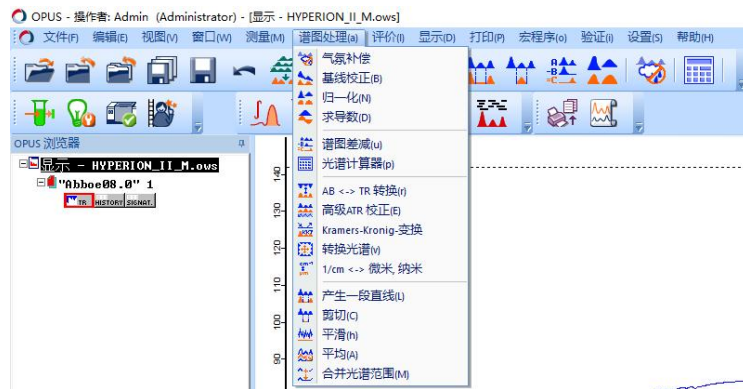


图 20

4.1 基线校正

采用压片法等测得的光谱，由于颗粒研磨得不够细，压出来的锭片不够透明，会出现红外光散射现象，使光谱的基线出现倾斜，透过率不在 100%，吸光度不在 0 处，所以需要基线校正。

1. 选择基线校正

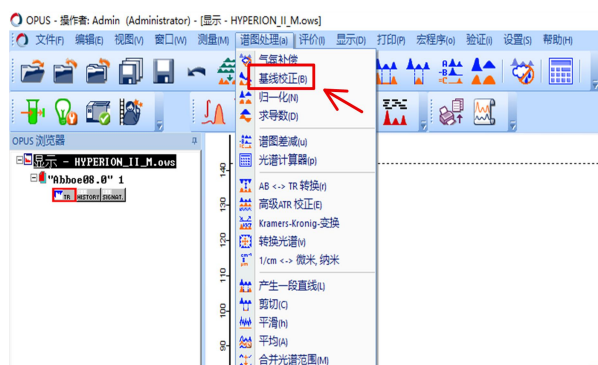


图 21

2. 选择文件

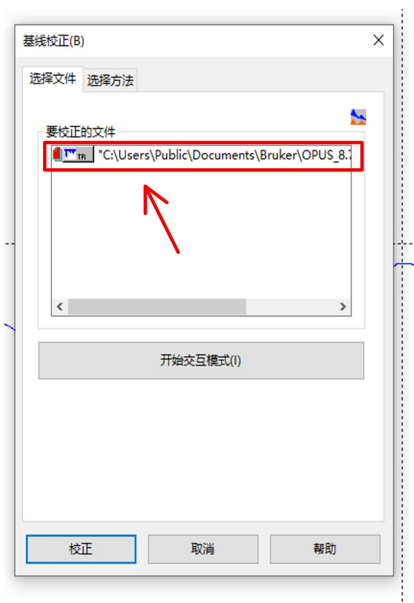


图 22 得到文件谱图

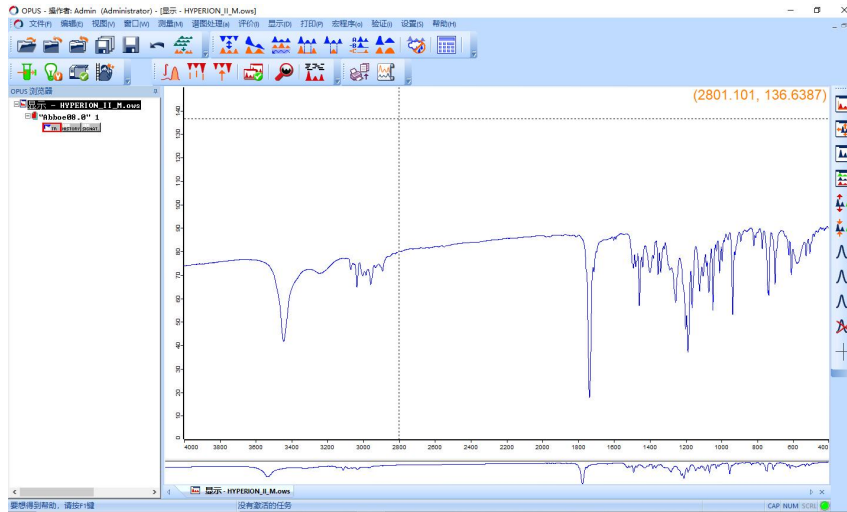


图 23

3. 得到谱图

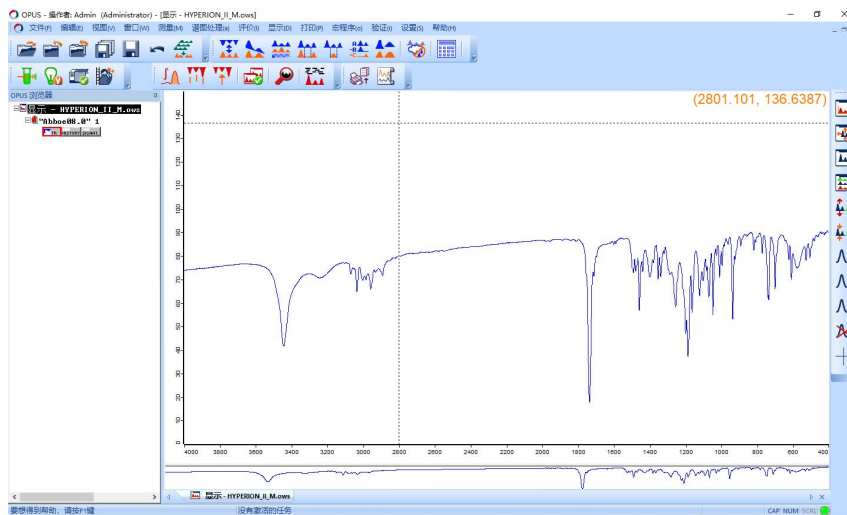


图 24

4. 校正操作



图 25

5. 得到基线校正谱图

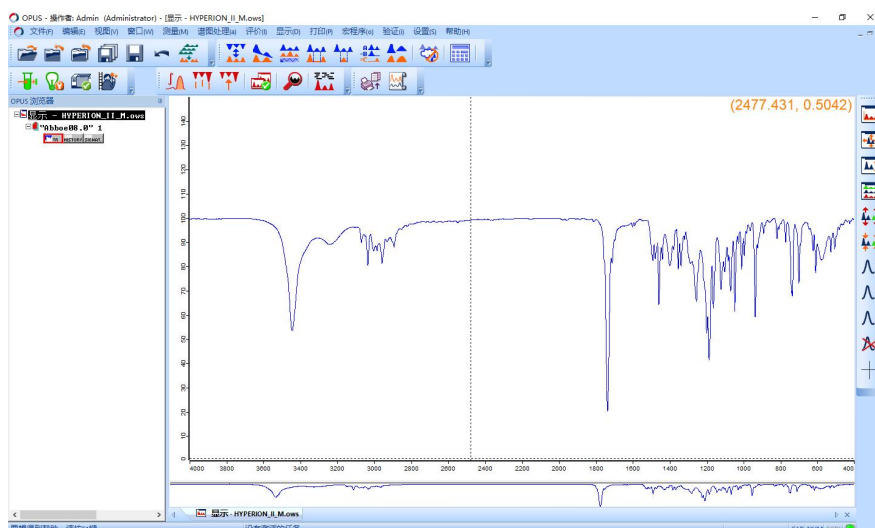


图 26

4.2 标峰

红外光谱的标峰操作，是通过识别谱图中特征吸收峰的波数（ cm^{-1} ）及对应官能团，分析分子结构的核心步骤。其本质是将实验谱图与“官能团-特征波数”数据库匹配，需遵循“先识别官能团区、再确认指纹区”的逻辑，同时结合样品背景信息排除干扰。

1. 选择界面



图 27

2. 选择文件

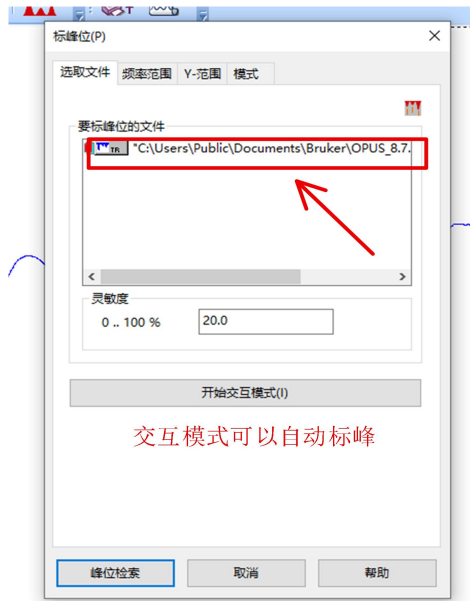


图 28

3. 定义标峰限制范围

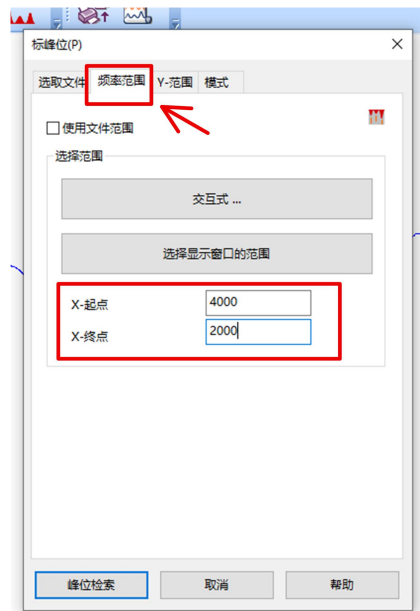


图 29

4. 标峰操作

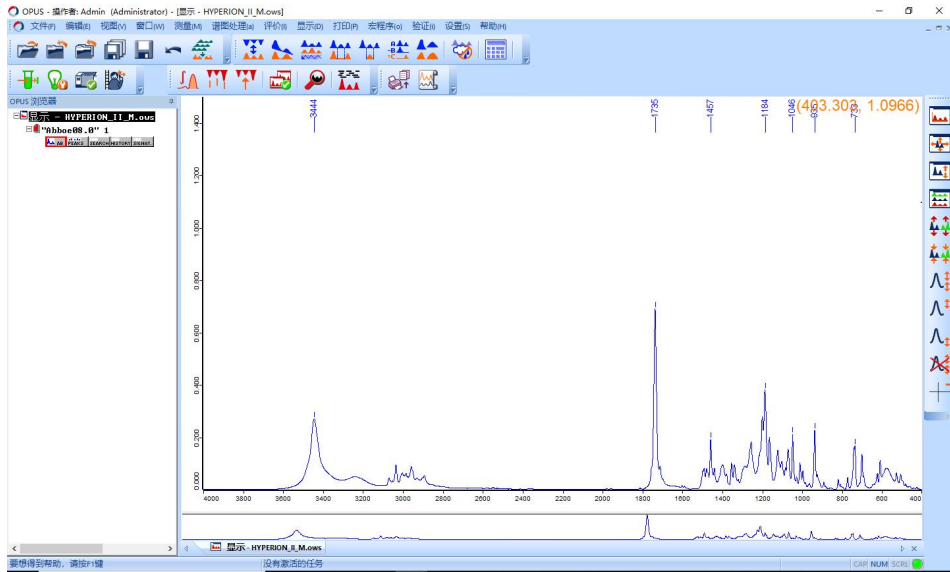


图 30

5. 标峰谱图显示

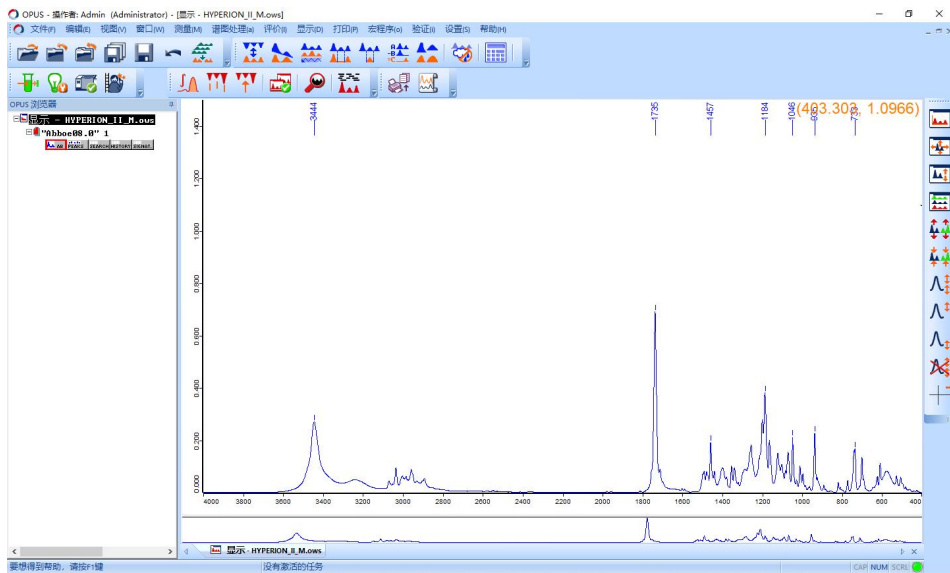


图 31

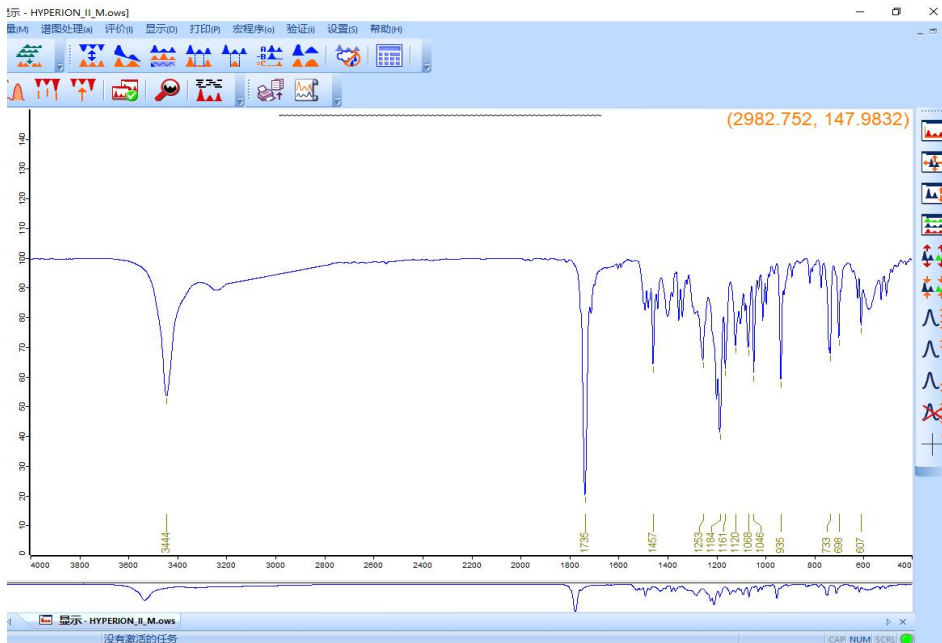


图 32

6. 生成峰位列表

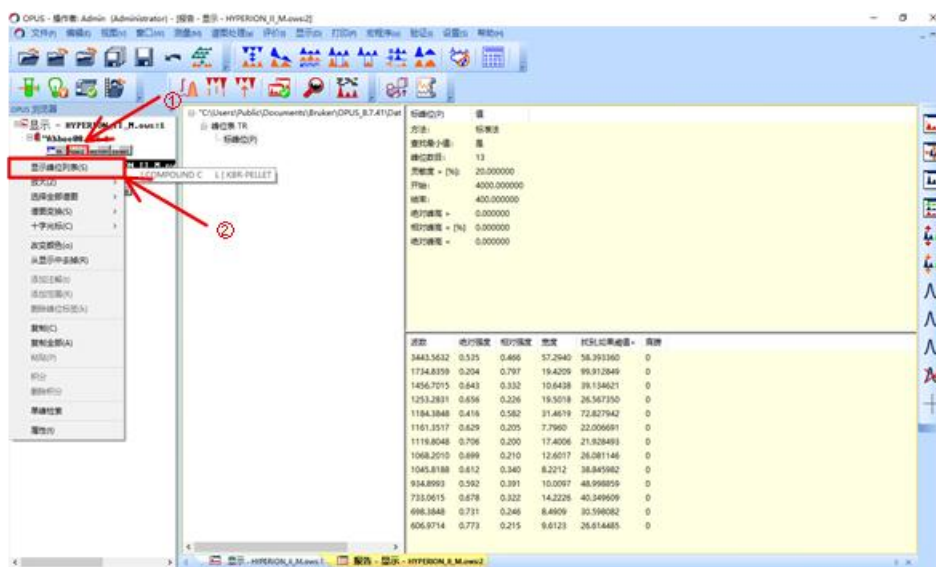


图 33

4.3 吸光度和透光率相互转换

吸光度 (A)：表示物质对光的“吸收程度”，是一个无单位的对数物理量，取值范围为 $A \geq 0$ (A 越大，吸收能力越强；A=0 时，光完全透过，T=100%)

透光率 (T)：表示透过物质的光强度与入射光强度的比值，反映光的“透过比例”，取值范围为 $0 \leq T \leq 1$ (或百分比形式 $0\% \leq T\%$)

≤ 100%)

转换公式:

$$A = \lg \frac{1}{T}$$

1. 选择相互转换

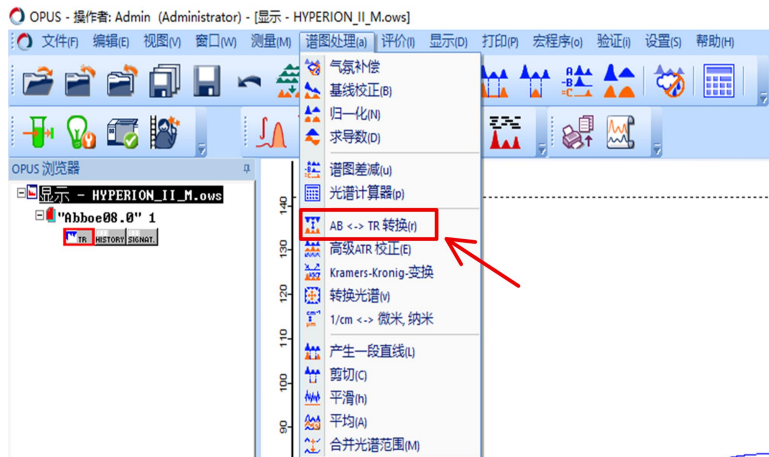


图 34

2. 选择文件

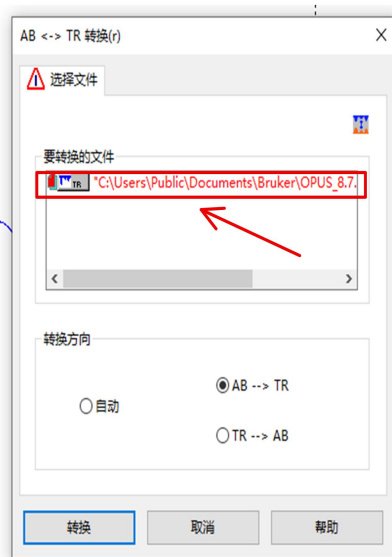


图 35

3. 选择转换

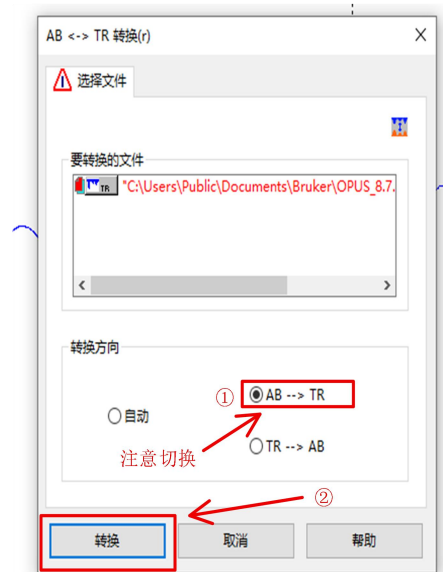


图 36

4. 转换后结果

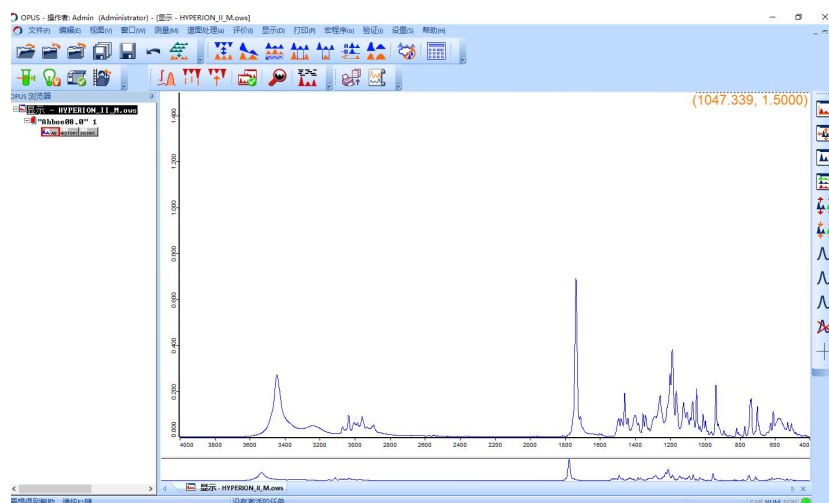


图 37

4.4 谱库检索

点击放大镜图样的快捷按钮后，显示“谱图检索”页面。上方有三个子界面：“检索谱图”、“检索参数”以及“选择谱库”，以下分别介绍它们的功能。

1. 检索谱图：这个子界面用于选取需要被检索的谱图文件。
2. 检索参数：此处可以选择一些与检索有关的设置，一般选择“标准”，这里的下拉栏可以选择“一个主成分”或“两个主成分”，

代表检索内容包含一个或两个主要成分。

3. 选择谱库：这个子界面里可以选择用于检索的谱图库，目前电脑中只安装了两个库，其中第一个为红外谱库，而第二个为拉曼谱库。所有三个子界面的参数设置完毕之后就可以按回车并查看检索结果了。

所有相近的检索结果会以不同的颜色覆盖在所测谱图（红色）上，通过勾选或取消勾选谱图下方不同颜色的检索结果可以切换不同的谱图。相应的检索结果会显示和分子有关的信息，包括结构式、化学式、CAS 号以及分子量。

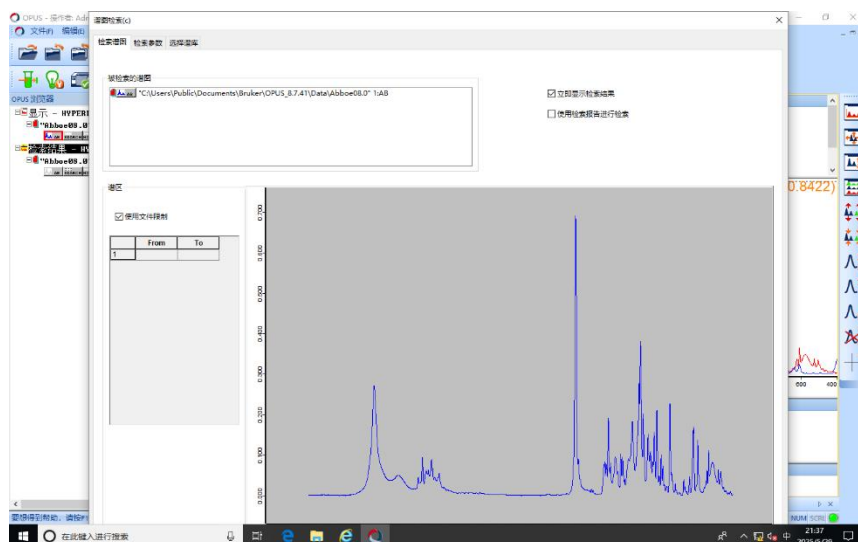
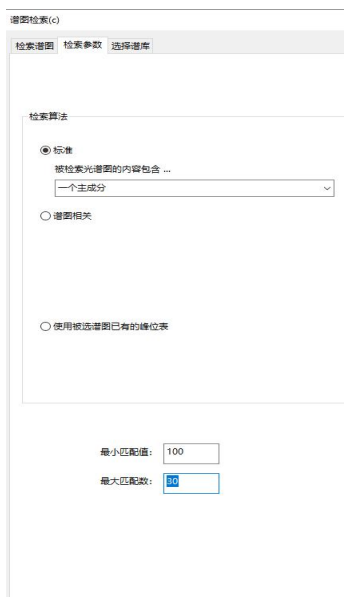


图 38



谱图检索(c)

使用	谱库	路径	状态	库中谱图	描述
<input checked="" type="checkbox"/>	Demolib.s01	C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPU	✓	350	General Library IR
<input checked="" type="checkbox"/>	RAMDEMO.S01	C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPU	✓	246	Bruker Raman Demolibrary

图 39 参数选择

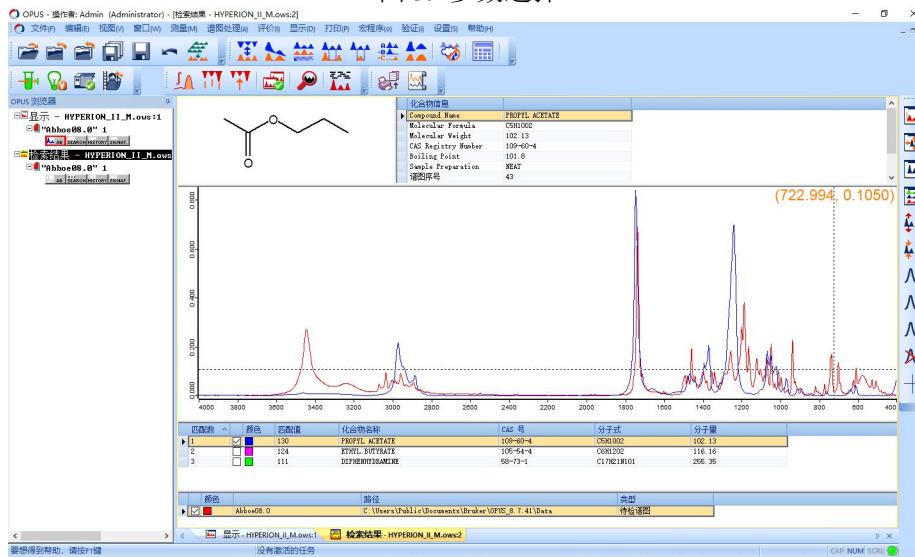


图 40 检索结果

4.5 产生一段直线

选择快捷菜单上红框标注的“产生一段直线”按钮即可开始操作。点击后会出现“频率范围”子界面，此处可以选择需要产生直线的频率范围。输入后点击“产生直线”便会直接出现结果，谱图上对应范围的区间起始点之间会被一段平滑直线连接。

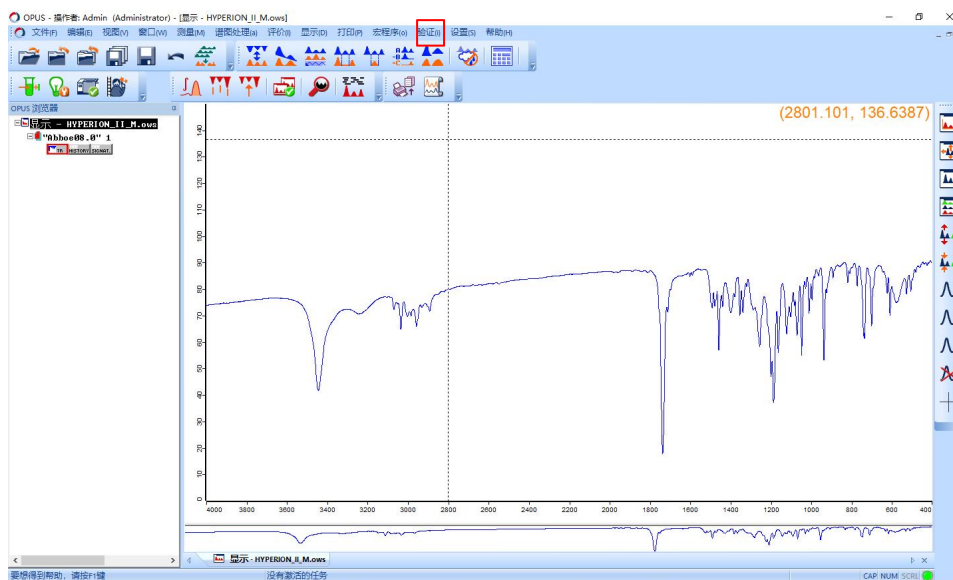


图 41



图 42 参数设置

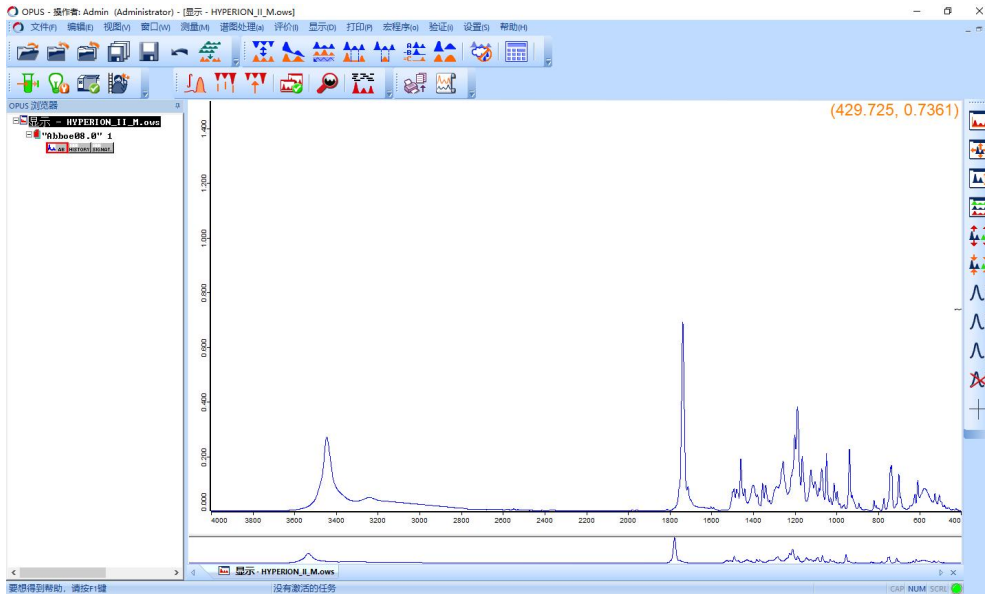
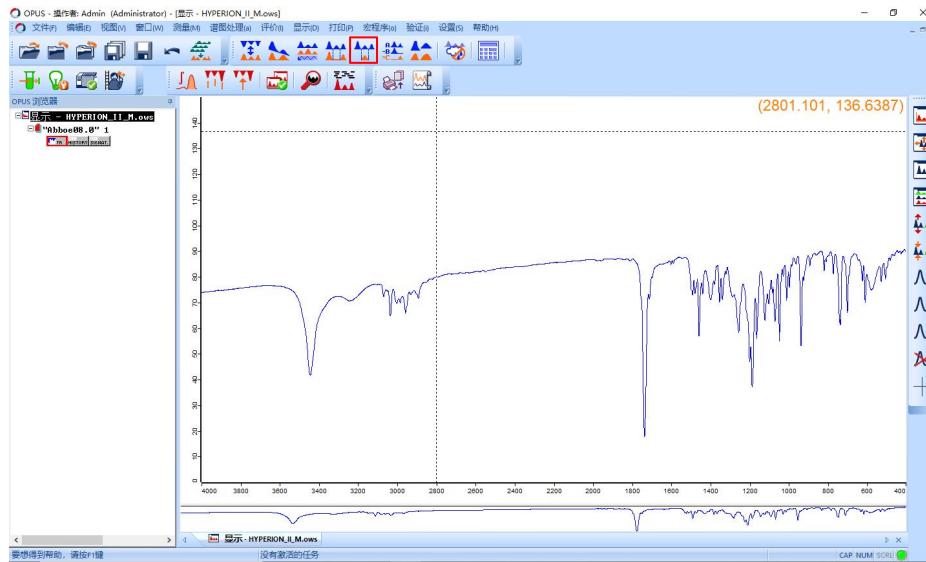


图 43 操作结果

4.6 剪切

选择快捷菜单上红框标注的“剪切”按钮即可开始操作。

点击后会弹出类似于“产生一段直线”的剪切界面，同样输入频率范围后即可剪切得出相应的目标范围内的谱图。



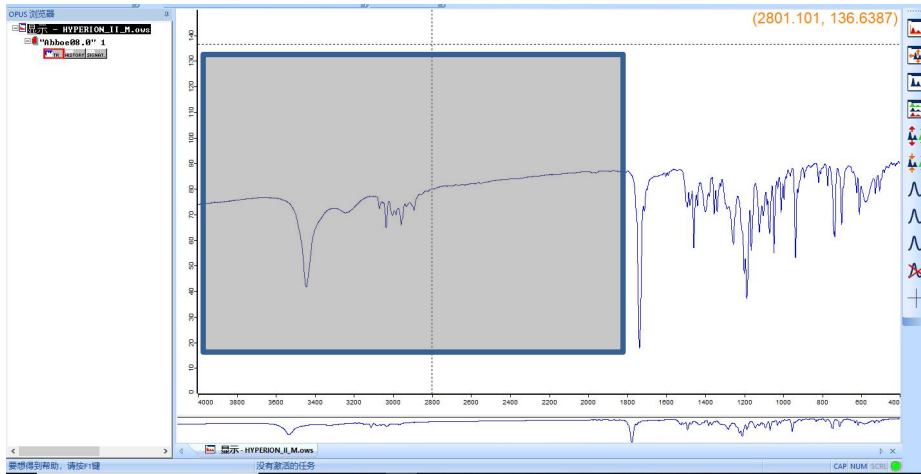


图 44 剪切示意图

五、文件保存

点击文件，在下拉菜单里选择“保存文件”或“文件另存为”。接下来可以在后续窗口中选择文件保存的具体位置（“选择文件”界面），以及文件保存的格式（“模式”界面）。



图 45 选择保存文件

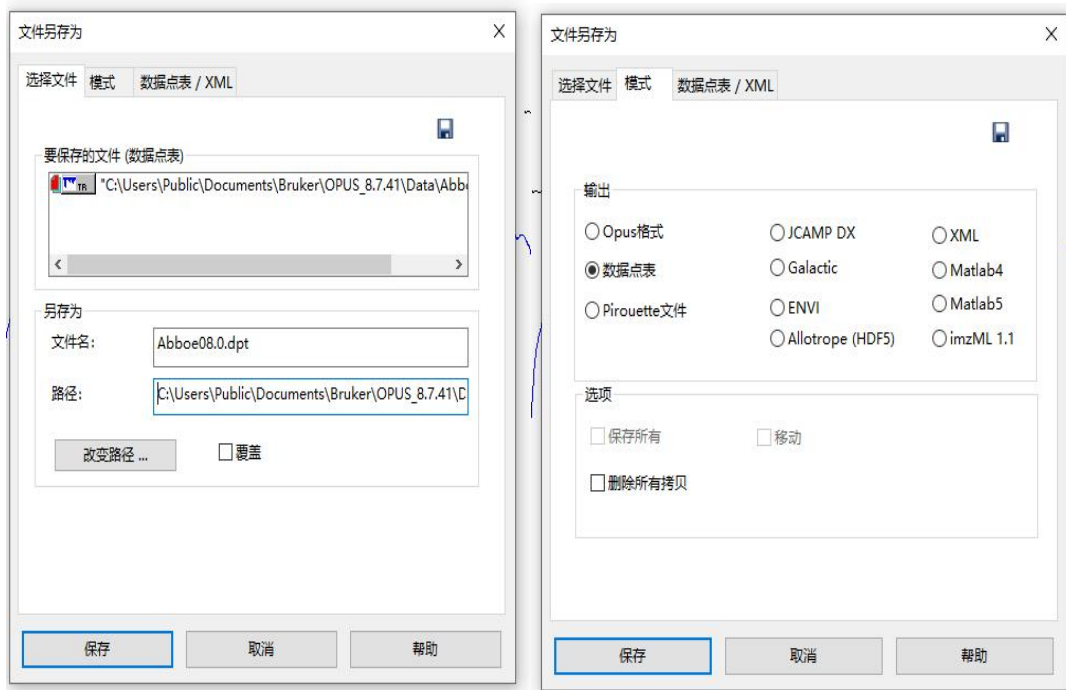


图 46 存储地址及格式

六、关机

文件保存后，重新进入真空操作系统（具体操作参考“三.开机”），选择“2 Vent instrument”开始放气，当“Current state”显示为“Vented”，“Pressure”显示为“1040 hPa”时表示放气完成，取出样品。之后重新选择“1 Evacuate instrument”进行抽真空操作，操作完成后，进入“Standby”状态。清理实验室台面和使用的仪器，关闭电脑及所有仪器。

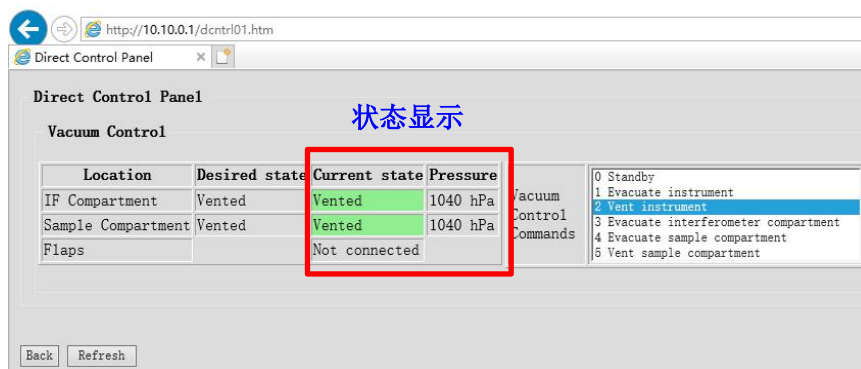


图 47

七、拉曼系统操作流程

说明：拉曼系统（OPUS 8.2.28）的软件操作流程与红外软件系统（OPUS 8.7.41）基本相似，具体可参考“三.红外系统标准操作流程”和“四.数据处理”中的操作，这里我们仅列出拉曼系统相比红外系统的不同操作及注意事项。

7.1 加液氮冷却

在正式使用拉曼系统之前，要先添加液氮进行冷却，核心目的是降低系统的背景噪声、提升检测灵敏度，从而实现对微弱拉曼信号的有效捕捉和准确分析。如图 44 所示，当仪器红色指示灯熄灭时即可开始拉曼系统正式操作，更换分束器。



图 48

7.2 更换分束器

真空红外系统所示用的分束器为 KBr 分束器，在使用拉曼系统时需要将分束器更换为 CaF_2 分束器以适配不同的实验需求（图 45），确保系统在特定的激发波长、光谱范围或检测模式下实现最佳的光信号分配与检测效率。



图 49

7.3 拉曼样品制作

拉曼样品相较红外样品制作较为简易，只需将样品用点样器加入模具中并压实即可。（图 46,47）



图 50 仪器盒



图 51

八、维护与保养

作任何维护之前，先拔掉电源线。这对下面的介绍都有效。当仪器在“开”的状态、而仪器盖板被打开时，必须注意避免如下事项：

- 检查可能的激光辐射泄漏。
- 注意潜在的高压危险。

8.1 避免静电

用户身上的静电可能损坏电路接头和半导体芯片。身上释放的微弱的静电足以损坏半导体芯片。在接触下面任何部分之前，用户与仪器同步接地是很重要的：

- 电源腔体
- 光源/电子腔体

可以通过下列方式接地：

- 使用接地的手腕电缆
- 触摸仪器金属体部分

接地手腕电缆是最有效（首选）的接地方法。完成维护操作后（除了换干燥剂），建议运行 OPUS 软件的“仪器测试”程序，以检查仪器的状态。

8.2 取出并再生干燥剂

封在筒中可更换的干燥剂（分子筛）能够保持干涉仪和探测器腔体中的空气干燥。尽管密封在腔体中，还是有必要再生分子筛。如果频繁更换探测器的话，这对探测器腔体更是如此。大约每六个月、或者至少当仪器上面的电子湿度指示等表明应该更换干燥剂时，再生或更换干燥剂。



图 52 干燥器的位置

8.3 更换激光器模块

激光损害后，用户可以很容易地更换 HeNe 激光器与电源。激光器安装在光源/电子腔体内。（警告：仪器电源拔掉前决不要动激光器。）

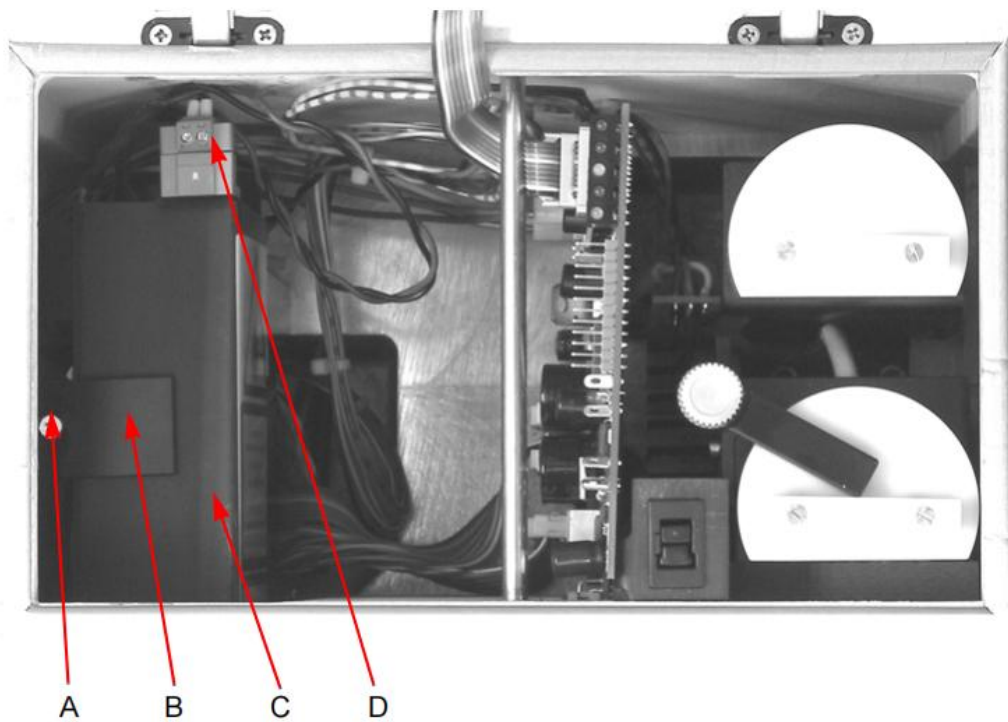


图 53 激光模块的位置

1. 关掉仪器电源。

2. 按下盖子，打开光源/电子腔体盖板。
3. 松开 **Phillips** 螺丝（**A**，约两圈），取下边上的固定支架（**B**）。
4. 抬起激光单元约 3mm、稍稍顺时针并向前倾斜，从腔体中取出。
注意这时仍然连着电源电缆！
5. 拧开两个小螺钉、取下电源插头（**D**）。
6. 换上一个新的激光单元，按反顺序操作。
7. 关闭全部腔体，并打开电源。
8. 检查仪器上盖上的激光诊断指示灯。
9. 初始化后（红色和绿色灯交替闪烁约 30 秒），然后只有绿灯闪烁。
必须用 **OPUS** 软件初始化新激光器。见 **OPUS** 软件使用手册。