

光纤型近红外光谱仪使用教程

反射探头光路搭建实验

一、实验目的

测量粉末样品的相对反射率或吸光度光谱分布曲线。本实验使用的是 900-1700nm 近红外光谱仪，仅展示该波段的反射率。其他近红外光谱仪波段的光路搭建方式、实验原理和操作步骤相同。

二、实验原理

本实验以标准白板作为参比，测试压入样品槽内黄色粉末的相对反射率。反射率的计算公式为

$$Reflectance = \frac{Sample}{Reference} \quad (\text{公式1})$$

吸光度计算公式为

$$Absorbance = \lg \frac{1}{Reflectance} = \lg \frac{Reference}{Sample} \quad (\text{公式2})$$

其中 Reflectance 是反射率，Absorbance 是吸光度，Sample 是样品反射光强，Reference 是标准白板反射光强。每个波长值的反射率和吸光度的计算都对应公式 1 和公式 2，即公式对全波段的每个波长都适用。

在本光路的实际测量中，由于反射探头接收的光强受距离、样品表面玻璃镜片反射光等多种因素影响，计算得到的值并不是实际的绝对反射率值，仅是相对反射率，即光谱分布趋势线。在数据后处理分析时，一般取反射率或吸光度归一化以后的值做分析。

粉末类样品的绝对反射率值在实际操作中非常困难，与容器、距离、稀疏度、光洁度等因素有关。在实际数据采集建模时，常把相对吸收曲线做预处理。

三、实验设备

本实验设计设备列表如下：

设备名称	设备型号	制造商
近红外光纤光谱仪	NIR-F210	ISC（谱钜科技&谱研互联）
Mini 卤钨灯光源	AvaLight-HAL-S-Mini	Avantes（爱万提斯）
反射探头	NIR-N600-1M-ST	Pynect（谱研互联）
反射探头支架套件	PD-FRP-TA	Pynect（谱研互联）
标准白板	STD-DR100	Pynect（谱研互联）
粉末样品槽	PD-PWR15	Pynect（谱研互联）

四、实验步骤

4.1 光路搭建

把反射探头按照图 1（左）固定好，其中多芯分支光纤接光源，单芯分支光纤接光谱仪。

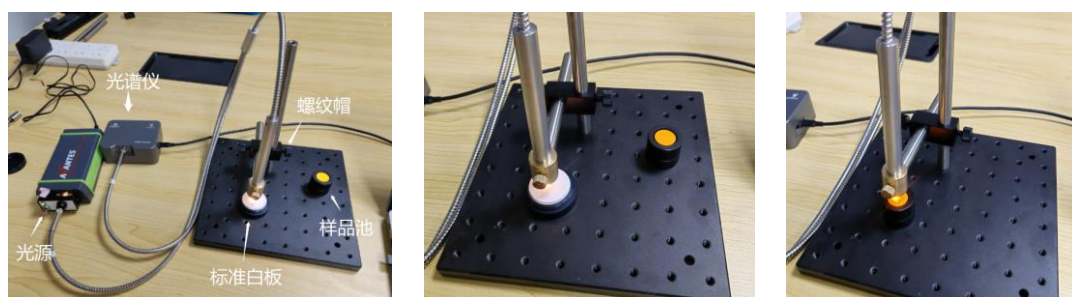


图 1 光路搭建

4.2 采集参比光

打开光源，预热 10 分钟后，调节螺纹帽，在垂直方向拉动，调节到合适高度，放置白板，建议探头与白板的间距不超过 5MM，旋紧螺纹帽使间距固定，可参照图 1（中）。

打开软件，点击【Reference Scan】按钮（图 2），存储并显示参比光谱曲线，此时按钮会变成【Scan】，右上角“Reflectance Select”选项会自动跳转到“Previous”，且显示上次设置参比的时间（图 3）。该步骤得到的是公式 1 中的参比光 Reference。

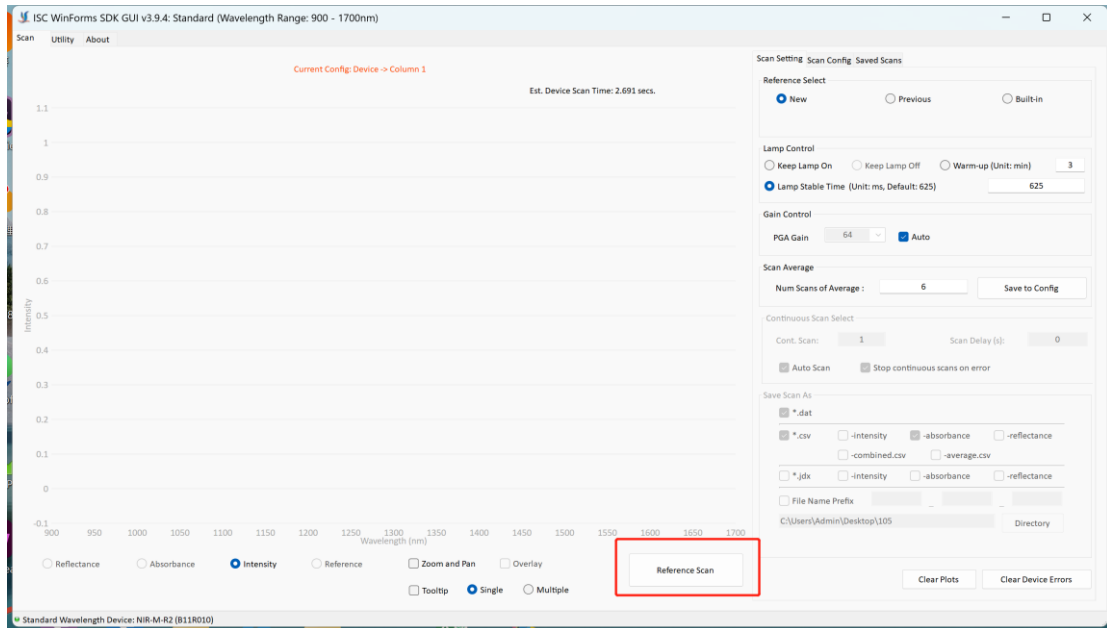


图 2 储存参比光

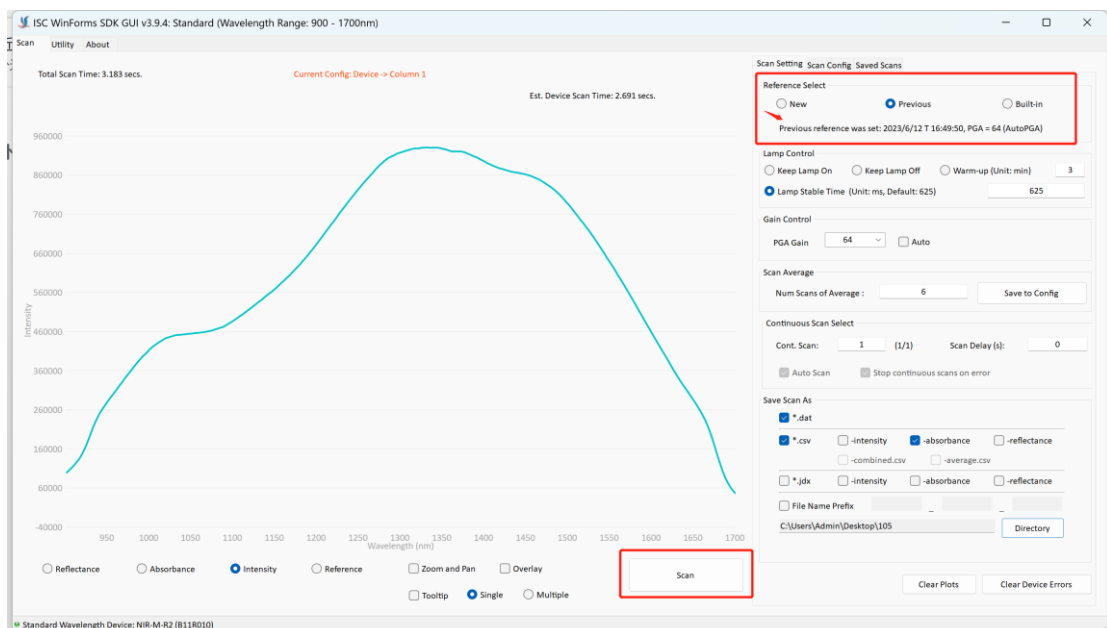


图 3 存储参比后

4.3 样品反射率和吸光度

把粉末样品装入样品池后，调节螺纹帽，在垂直方向拉动，调节到合适高度，放置样品池，建议探头与样品池的间距不超过 5MM，旋紧螺纹帽使间距固定，可参照图 1（右）。

在软件中切换到反射率（Reflectance）或吸光度（Absorbance），点击【Scan】按钮，即可显示该样品相对标准白板计算得出的反射率（图 4）或吸光度数据（图 5）。

该步骤得到的是公式 1 和公式 2 中的样品光 Sample。

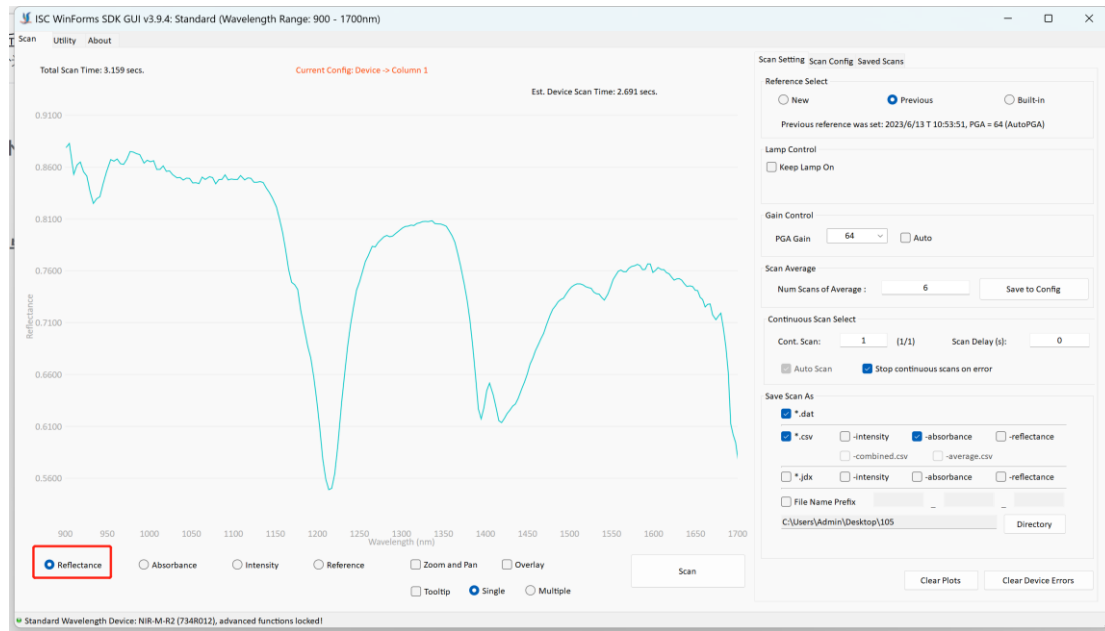


图 4 样品反射率

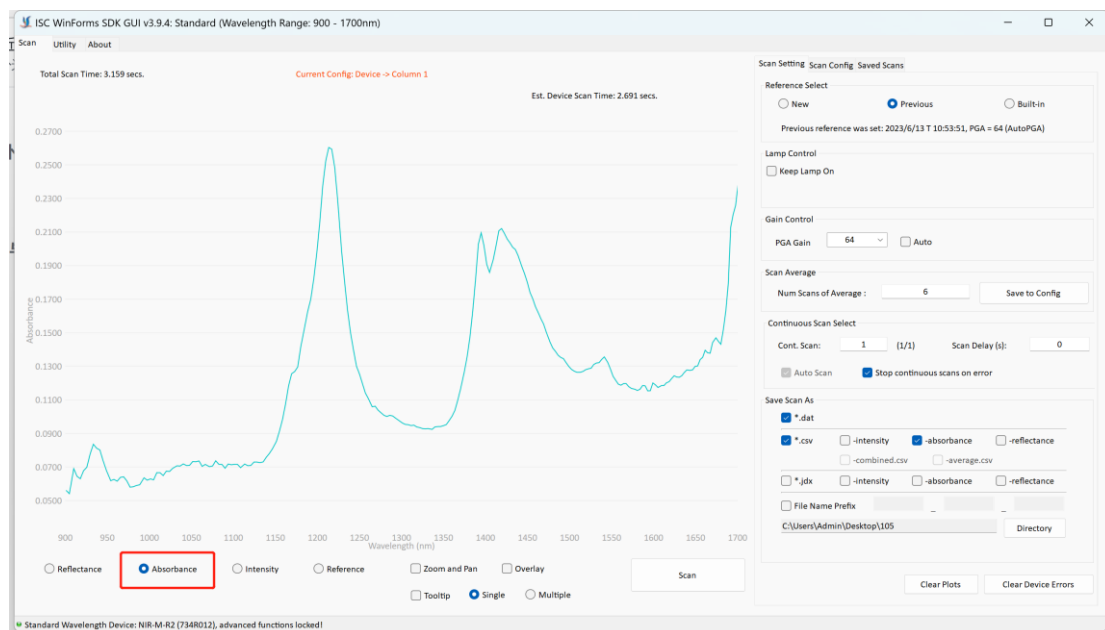


图 5 样品吸光度

五、实验结果分析

在测得反射率或吸光度光谱分布曲线后，把对应表格数据导出即可做数据分析处理。

在分析实验结果时，需要注意测得反射率或吸光度，仅为相对值，并非绝对反射率值。有时会出现反射率大于 1（即 100%）或吸光度为负值的现象。

影响因素主要是取参比和测样品时的距离难以确保相同，同时样品池表面的镜片本身存在反射光，有时会出现在某些波段反射光大于参比光的现象，公式 1 计算时则会出现反射率大于 1 的现象，公式 2 计算时则会出现有负值的现象。

如果是定性分析，一般需要对数据首先做归一化处理，反射率大于 1（即 100%）或吸光度为负值的现象则不会对结果造成影响。如果是定量分析，同样在建模时需要对数据做预处理，在实际测量时，很难获取到稳定的绝对反射率或吸光度值；若不做预处理，则对设备和光路要求很高，价格也极其昂贵。

大多做具体实验的都是在读学生，建议熟练掌握 origin 等数据分析工具，有能力的建议学习 Python 或 Matlab 等编程工具，在做数据分析和写论文时，可以形成事半功倍的效果。另外建议做实验的人员根据公式理解每一步操作的原理，这样更有利于分析问题。

六、常见问题解答

6.1 反射探头光纤怎么连接

反射探头有 7 芯和 2 芯类型。在近红外光谱仪测量中常用 7 芯，其中一个分支是 6 芯，接光源，另一个分支是单芯，接光谱仪。如果是 CCD 光谱仪，因灵敏度比近红外高几个数量级，通常用 2 芯即可，2 芯的分支端是一样的，接光源和光谱仪时不作区分。

6.2 吸光度曲线噪声很大

吸光度曲线噪声大一般是参比光或样品光很弱导致的。

以公式 1 对应的反射率为例，分母 Reference 越小，光谱本身是噪声波动占比就越大，曲线显示噪声也就越大。

在公式 2 中，Reference 较高，但 Sample 很低，即某些波段吸收很高时，噪声抖动就会很大。例如吸光度为 3 时，对应反射率为千分之一，光谱仪本身的噪声占比已经达不到千分之一的精度，就会导致在高吸收的波段看到较大的噪声抖动。