



掠角反射法测定金属表面超薄膜红外光谱

No.FTIR-010

摘要： 本文以实际样品测定为例，介绍了使用掠角反射附件测定金属基底超薄膜的方法。

随着表面科学、界面科学的发展，出现了大量的超薄膜材料，其制备方法有LB (Langmuir-Blodgett) 技术，自组装技术 (Self-Assembled Monolayer, SAM)，分子束外延生长技术，旋涂技术等，具有广泛的应用潜能。研究超薄膜表面、界面分子层结构对实现优良功能材料的分子设计以及从分子水平上构造功能分子具有指导作用，但是对于这一类超薄膜材料，用普通光谱和波谱方法难以进行测定，而掠角反射红外则可以研究薄膜和功能间的关系提供分子水平上的信息。

关键词： FTIR 掠角反射法 超薄膜

原理

如图1所示，入射红外光穿过样品，由金属基底反射，再次穿过样品，相当于被样品吸收两次，增加了信号强度。

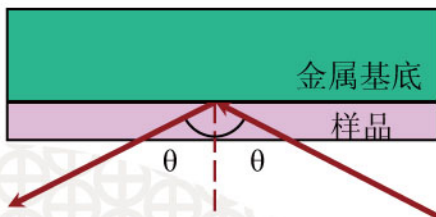


图1 反射吸收示意图

在样品厚度一定的情况下，红外光在样品穿过的距离，即吸收光程，可以通过入射角度进行调解，入射角越大，吸收光程也越长，当入射角度为掠角 ($>75^\circ$) 时，即使样品厚度很小，吸收光程仍然可以很大，从而可以测定纳米厚度的超薄膜。

如图2所示，当偏振光照射至金属表面时，反射光电场的相位会发生变化。对于S偏振光 (偏振方向与入射面垂直)，相位随入射角角度的改变而变化不大，为

约 180° ，界面处入射光和反射光电矢量互相抵消，驻波的振幅几乎为零，不能检测到样品的吸收。对于P偏振光 (偏振方向与入射面平行)，相位随入射角角度的增加而急剧增大，入射角较大时，界面处入射光和反射光电矢量互相叠加，驻波的振幅增加，样品和光作用增强。如果使用偏振器检测P偏振光，可以获得更高的灵敏度。

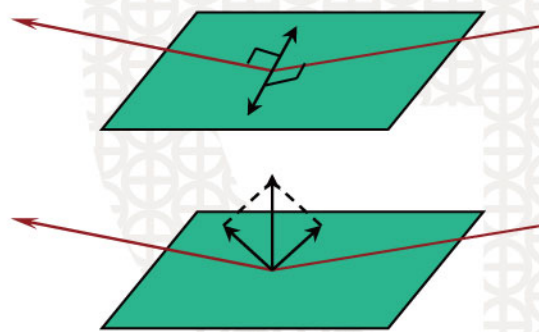


图2 偏振光在金属表面相位改变示意图
(S偏振光，上；P偏振光，下)

仪器配置

FTIR8400S
VeeMAX附件
IRsolution软件

实验条件

分辨率： 8cm^{-1} 变迹法：SqrTriangle
检测器：DLATGS 入射角度： 80°

测定结果

样品为在属基底上三脲类超薄膜，厚度为数十纳米。

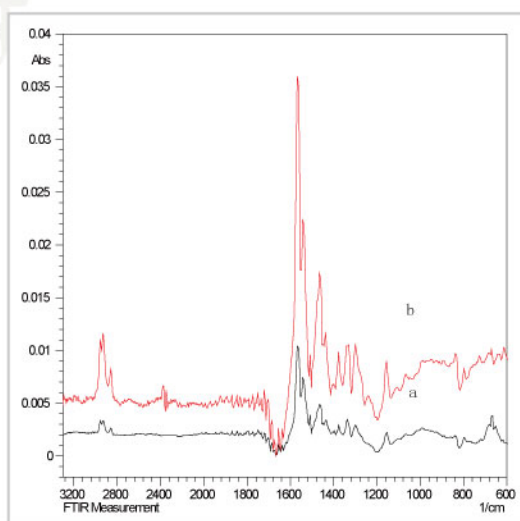


图3 不锈钢基底超薄膜红外谱图（扫描次数：400）

图3为同一不锈钢基底超薄膜在不同条件下测得的红外谱图。其中，a为没有使用偏振器采集的谱图，可以看出，虽然样品很薄，但在大入射角的情况下，仍然具有足够的灵敏的进行测定；b为使用偏振器采集P偏振光而得到的谱图，与a相比，吸收谱带强度更大，说明在大入射角下搭配偏振器测定，灵敏度更高。

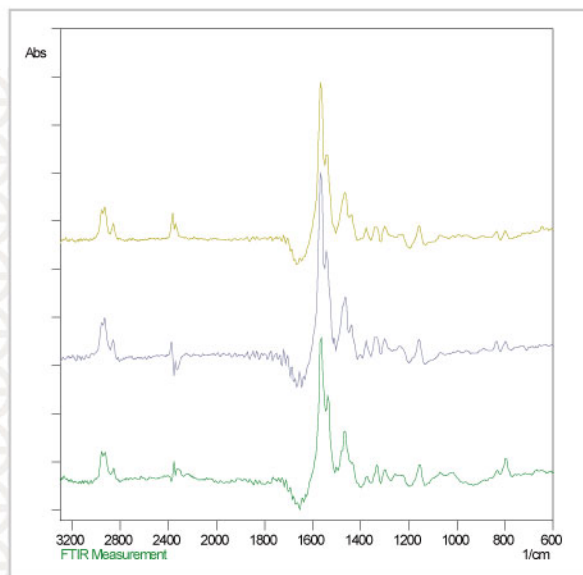


图4 不锈钢基底超薄膜红外谱图（扫描次数：128）

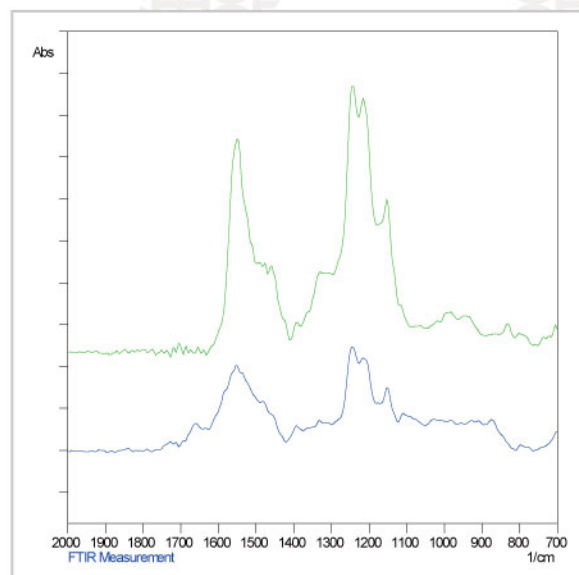


图5 铜基底超薄膜红外谱图（扫描次数：128）

图4和图5分别是以不锈钢和铜为基底在不同条件下制备的超薄膜在使用偏振器的条件下测得的红外谱图，谱图质量良好，表明掠角反射法可以满足对这类金属基底超薄膜的分析需要。