

傅里叶变换红外 (FTIR) 光谱仪新进展

(BCEIA 分析仪器评议委员会)*

从本届 BCEIA 展览会上各公司展出的仪器及提供的资料看, FTIR 光谱仪最新进展有以下几点。

1 仪器日益智能化, 实际上是光谱仪的高度自动化

由于计算机技术和自动化技术在仪器中的广泛使用, 使得红外光谱仪的调整、控制、测试及结果的分析大部分由计算机程序控制和完成, 如显微红外光谱中的图象技术。各公司的显微红外光谱仪均能对样品的某一区域进行面扫描, 并最终给出该区域化学成分分布图, 如 AIM8800 (Shimadzu)、Continuum (Nicolet)、EquinoxTM55 (Brucker)、Spectrum2000 (Perkin Elmer) 和 Stingray Imaging (Bio-Rad) 等显微红外光谱仪均有此功能。Continuum 和 EquinoxTM55 在对某一点样品进行测量时, 可同时观察样品状况。AIM8800 可自动记录样品检测点及背景的位置。红外显微镜可在测量时自动寻找设定的位置并调整到最佳状态进行测量。Stingray Imaging 将步进扫描功能与焦平面阵列式检测器结合起来, 可在短时间内测定红外化学图象。

2 随着仪器精密度的提高, 部分公司在分辨率, 扫描速度等方面达到了很高的指标

如 Brucker IFS120H 最佳分辨率为 0.0008 cm^{-1} , Bomen 公司 DA 系列可达 0.0026 cm^{-1} 。而扫描速度 Brucker 可达 17 张谱图/秒, 利用步进扫描技术可达到 250 皮纳秒时间分辨光谱。Nicolet Nexus 可达 70 次扫描/秒, 利用步进扫描技术可达优于 10 纳秒的时间分辨光谱。使用多种分束器后光谱范围 Brucker 为 $50000\text{--}4\text{ cm}^{-1}$, Bomen 为 $50000\text{--}5\text{ cm}^{-1}$, Nicolet 为 $25000\text{--}20\text{ cm}^{-1}$ 。这些很高的技术指标, 标志材料、光路设计、加工技术和软件都达到了很高的水平。但它不是傅里叶变换红外光谱仪水平的唯一标志, 其他如仪器的稳定性, 抗震性, 光源的稳定和使用寿命, 检测

器的灵敏度和稳定性等均反映仪器的水平 (如 AIM8800 选用玻璃密封的 MCT 检测器, 密封效果好, 无需定期抽真空)。用户必须根据自己的测试要求及性能价格比来选择适当的仪器。

3 不同类型的专用仪器及多功能联用技术的发展

各公司为适应不同用途的需要, 设计了各种不同类型的仪器。如 Brucker 公司不同类型的傅里叶变换红外仪器达 17 种之多, 他们与制造热重分析仪的 Netisch 公司共同设计了光谱仪与热重分析仪的接口, 使联用测度的灵敏度大大提高, 并可同时采集热重和红外数据。Nicolet 公司有研究型、分析型和普及型等不同类型的仪器, 他们的 Nexus 光谱仪, 除了它的高度自动化外, 还配上不同类型的附件, 用于不同的测量要求。Bio-Rad 公司为适应学校教育需要, 仪器窗盖用透明材料制成。有些公司将同一仪器增加外光路出口, 增加联用功能。如 Brucker 的 EquinoxTM55 多达 6 个外光路, 可与拉曼附件、GC、TG 和红外显微镜四机联用。Nicolet 的 Nexus 有 54 个外光路, 可提供多机联用及发射光谱的分析。Perkin Elmer 公司的 Programm2000 有 4 个外光路接口, 用于不同类型的联机。目前许多公司有专用的仪器, 如近红外光谱仪, 红外气体分析仪, 红外油品分析仪, 红外半导体分析仪, 遥感红外光谱仪 (如用于气象) 各种工业在线红外光谱分析仪, 专用红外显微镜 (干涉仪与显微镜一体化, JASCO) 等。用于特定目的用户, 不必购置通用红外光谱。

4 各种实用附件的发展

岛津红外显微镜 AIM8800 样品处理器 MMS-77D, 它安装在红外显微镜上, 可对各种微量样品进行处理。能切割出胶片中几个 μ 的杂质和夹取及吸出混入材料中几个 μ 到几百个 μ 的异物; 用微量点滴器将某些器件上的杂物溶解并吸出后进行红外显微测定; 此附件很大的提高了显

* 选自 BCEIA'99 《分析评论》。

微红外光谱仪测定的样品种类和测定的效率。Brucker 为 Vector22/N 近红外光谱仪专门设计的近红外积分球,光斑为 10~20mm,并配有样品旋转器,它对大颗粒的样品(如玉米)仍能进行较好的定量分析。Perkin Elmer 公司红外光谱仪采用 AVI 技术,在仪器中内置一标准甲烷气,对测定的光谱波数进行校正,提高了测定光谱吸收峰位置波数的准确度;该仪器还以水汽和 CO₂ 的高分辨光谱为基础建立相关软件,自动模拟各种测量条件下的水汽和 CO₂ 的光谱,对光谱进行水

汽和 CO₂ 的校正;在进行 ATR 等测量中,能自动显示样品与 ATR 晶体之间的压力情况,保持两者的最佳接触面又不会损坏晶体。Nicolet 的欧米采样器(Omni-Sampler)可进行接触式采样,它适用于微量样品,硬度较大的样品及红外不透过样品,如单纤维,高聚物颗粒等。

5 国产仪器近年亦有较大进展

瑞利公司改进后的干涉仪光通量提高 2 倍,而抗震性提高 7 倍。英贤公司发展了阵列式检测器近红外分析专用仪器 NIR2000。

Advance in Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectrometers

The more intelligent instruments have appeared for the using of computer and automatic technologies on the FTIR spectrometers, for example, the micro-imaging FTIR spectrometer. For some FTIR spectrometers, the highest resolution is 0.0008 cm^{-1} , the spectral range can be $50000\text{--}4\text{ cm}^{-1}$, the highest scanning speed is 117 spectra/second. The different kind FTIR spectrometers have been developed for the different applications. There are 6 optic exits on the Equvnox FTIR spectrometer, it can be connected with FT-Raman accessory, GC, TG and IR-microscope. A lot of useful accessories are developed. The MMS-77D IR micro manipulator system is for petreatment of micro sample, sampling and measurement can be conducted without fear of sample loss or contamination. The near IR integrate ball is benefit of quantitative analysis for large size sample. The AVI technique can approved the accuracy of wavenumber in the spectrum. A special technique software can eliminate the disturbance of CO₂ and H₂O to the spectrum. The OMNI-Sampler can sample in point to point contact, it is suitable for the micro, IR non-transmission samples, for example, fiber, particle of polymer and paper.

国际会议信息

2002 年 6 月 4~7 日
西班牙,格让纳达(Granada)
第 10 届发光光谱学国际研讨会-液(气)流检测技术-质量保证和应用分析
(Xth International Symposium on Luminescence Spectrometry-Detection Techniques in Flowing Streams-Quality Assurance and Applied Analysis)
联系人:Professor Ana Ma Garcia-Campana

Department of Analytical Chemistry
Faculty of Sciences
University of Granada
Av. Fuentenueva s/n, E-18071 Granada
Spain(西班牙)
电话:(+34-58)248-594
传真:(+34-58)243-328
E-mail:amgarcia-goliat.ugr.es

(雨段收集提供)

2000. 4. 28