

本系统可达到的技术指标为:

- ①测量范围:直径 $\Phi 0.8 \sim \Phi 8$ 毫米,长度由 50~400 毫米
- ②可进行多点、多方位的测量
- ③可预置被测直径的上、下公差值
- ④数字显示测量结果,自动判断被测件是否合格,并给予指示。
- ⑤单点测试效率不超过 5 秒

参考文献:

- [1]Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. (USA), 1987 Vol. 730:119-22
- [2]Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. (USA), 1990 Vol. 1332:862-7
- [3]王庆有、孙学珠主编《CCD 应用技术》,天津大学出版社,1993.3 月

GC-FTIR 在化学裁军核查国际联试中的应用

尼高力

1. 前言

化学裁军核查是保证履行禁止化学武器公约的有效手段。为了提供一套标准化的核查分析方法和程序,建立国际核查实验室,联合国化学裁军特设委员会先后于 1989,1990 和 1991 年组织了以分析模拟核查未知混合样品的方式进行了三次国际联试。在此基础上又在 1993 年 3 月组织了有中国参加的 14 个国家 16 个实验室的第四轮联试。

GC-FTIR(气相色谱-傅立叶变换红外光谱)联机检测是一种很先进的分析手段,它能提供直接而又完整的分子结构信息,尤其对异物体的鉴定优于 GC-MS(气相色谱-质谱)。在第二、三轮国际联试中,我国应用 GC-FTIR 对联试样品进行了定性分析,结果较为满意,使我国检出的每个化合物均为红外谱和质谱所证实。下面介绍

GC-FTIR 在第四轮国际联试中的应用。

2. 实验过程

2.1 样品来源:第四轮联试所用样品由美国 Lawrence Livermore 实验室配样。三个土样——酸性土(SA)、碱性土(SB)和中性土(SH)。两个水样(W、KEW)和一个 C₁₈ 柱吸附样(K)。

2.2 样品处理:按规定程序和自选程序处理。

2.3 仪器与试剂:HP5880AGC 仪; Nicolet 5SXC-FTIR; 配有 GC-FTIR 接口, MCT-A 检测器。重氮甲烷;二氯甲烷;甲醇;乙醚;均经重蒸馏。

2.4 联机操作条件

①色谱仪:采用 HP 公司弹性交联石英柱,5%苯基甲基硅酮,长 25m,内径 0.31mm,膜厚 0.17 μ m。FID(火焰离子)检测器,测试条件因样品而异。表 1 为测酸性土(SA)的测试条件。

表 1 GC-FTIR 测酸性土(SA)的色谱条件

化合物序号	载气(He)流速 ml/分	升温程序 °C	检测器 °C	进样口 °C	进样方式(0.7 分)
1.4	1.35	7°C/分 10°C/分 40(1分)→100→195(5分)	280	250	不分流
2.3	2.40	7°C/分 40(1分)→159(5分)	280	250	不分流

3. GC-FTIR 接口

光管在液氮冷却下工作,不加尾吹,光管、传输线温度因样品而异,采用程序升温,如酸性土(SA)见表 2:

4. 红外仪

波数范围 $4000\sim 600\text{cm}^{-1}$,分辨率 8cm^{-1} 。红外光谱图见图 1:

表 2 GC-FTIR 测酸性土(SA)光管、传输线温度

检出化合物序号	光管、传输线温度 $^{\circ}\text{C}$
1.4	90(7分) \rightarrow 150(6分) \rightarrow 200
2	100(8分) \rightarrow 130(4分) \rightarrow 150(3分) \rightarrow 180(3分) \rightarrow 200
3	120(12分) \rightarrow 150(3分) \rightarrow 180(3分) \rightarrow 200

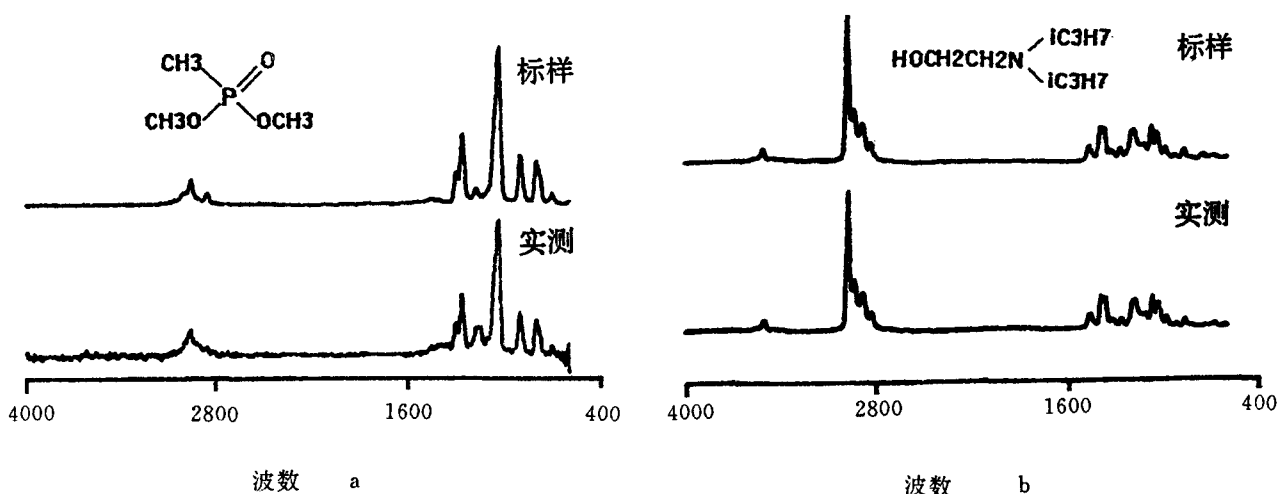


图 1 a)1[#]; b)2[#] 化合物

5. 分析结果

5.1 分析结果见表 3

表3 GC-FTIR 在第四轮国际联试中的分析结果 * *

两样代号	序号	化合物	结构式	鉴定方法	备注
SA,SB,SN, W,KEW	1	甲基 磷酸			见图 1
SA,SB,SN, W,KEW	2	二异丙 胺基乙醇			标、样 相符
SA,SB,SN, W,KEW	3	3-喹 啉醇			标、样 相符
SA,SB,SN, W,KEW	4	二苯 羟乙酸			标、样 相符

* 用重氮甲烷甲基化

* * 与六个样品中加进去的四个化合物结构相同

5.2 光管温度对检测信号强度的影响,见表 4。

表 4 光管温度对检测信号强度的影响

光管温度 C	50	100	150	200	230
干涉图信 号强度(V) *	11.83	11.36	10.61	9.43	8.61

* 多次平均值

从表 4 可看出,随着光管温度升高,干涉图信号强度下降。为了提高光管的灵敏度,一方面要设置较低的光管温度,另一方面采用光管程序升温措施。为了防止由色谱出来的馏份在光管里冷凝,使柱温略低于光管 5℃。由于国际核查联试的样品含量很低(小于 100ppm),成分又复杂,有的样品经预先处理,浓缩后仍然复杂,针对不同化合物选择最佳测试条件(见表 1,2),采用不同手段处

理红外数据,如 1# 化合物,尽管杂质干扰大,但运用差谱法处理出来的红外图谱比较理想(见图 1a)

在第四轮联试中,我国的红外测试结果名列榜首。在第 4 轮联试的论文中集中收入红外图谱 37 幅,其中我国占有 15 幅之多。

6. 结论

整个实验用 Nicolet 公司生产的 5SXC-FT-TR 仪及其色-红联用接口,与 HP 公司的 5880A GC 仪联用,参加了第 2、3、4 论化学裁军核查国际联试,检出的每种化合物与谱库检索结果或合成标样图谱完全相同,与 GC-MS 分析结果一致,在国际联试中,我国的红外分析结果名列榜首。