

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪对本科 教学实验室提供支持

HCl 的转动光谱

应用简报

学术科研

作者

Norman Wright
FTIR 产品经理
FTIR 应用团队
安捷伦科技公司, Danbury, CT, USA

前言

红外光谱法是一项基础分析技术，要求物理化学、分析化学和有机化学专业的本科生必须掌握原理并有机会使用。本科实验室需要 FTIR 光谱仪的设计能够满足多用户环境的需求。这种光谱仪应简单易用、灵活、耐用、可靠、紧凑且性价比高。Agilent Cary 630 FTIR 恰好符合这些要求。

Cary 630 FTIR 光谱仪可对多种材料和化学物质进行光谱测量。Cary 630 包括所有附件均采用紧凑设计，不仅可以测量液体、固体和气体，而且可对几乎所有传统应用领域进行分析。

学生通过简单培训即可使用 Cary 630 在分析或仪器实验室进行有机合成的相关定性分析或定量分析。

本应用简报介绍了 Cary 630 在典型的本科分析化学和物理化学实验中测定氯化氢或类似双原子气体属性方面的应用。



Agilent Technologies

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪

在学术环境、教学应用和日常研究支持方面具有优势
整体系统设计

- 最紧凑的性能卓越的 FTIR。超紧凑设计保留了宝贵的台面空间
- 重量轻，系统易于重新安置
- 完全密封的光学元件和紧凑的结构可在标准通风橱中使用
 - 用于液体、固体和气体处理的各种采样接口
 - 具有出色的整体性能与简便易用性；可在 1 分钟内执行几乎所有分析，优势明显

光机组件

- 永久准直的干涉仪和光学系统使其成为了日常工作中极其可靠的主力仪器
- 干涉仪和光学元件非常耐用。Cary 630 采用的光机组件与需要最高稳定性的安捷伦便携与手持式系统相同
- 大孔径光学元件和较短的内部光程可提供出色的性能

方法和测量

采用配备透射附件 (G8043 #300) 和安捷伦 50 mm 气体池 (G8043 #306) 的 Cary 630 FTIR 光谱仪进行测量。使用 Agilent MicroLab Expert 软件 (G4097AA) 控制仪器以及测量和分析数据。

HCl 气体的测量根据以下方法进行：将气体池安装至透射模块中，调整入口和出口位置以便样品进入并排出吸收池。当吸收池中无样品气体时，将光谱仪增益设定为 18000-25000 之间的强度水平。此设置可达到 2 cm^{-1} 的光学分辨率，能够为样品测量提供足够的信号水平。设定数据采集参数，并在加入样品和采集样品光谱之前采集背景光谱。

图 1 展示了数据采集参数的屏幕截图。

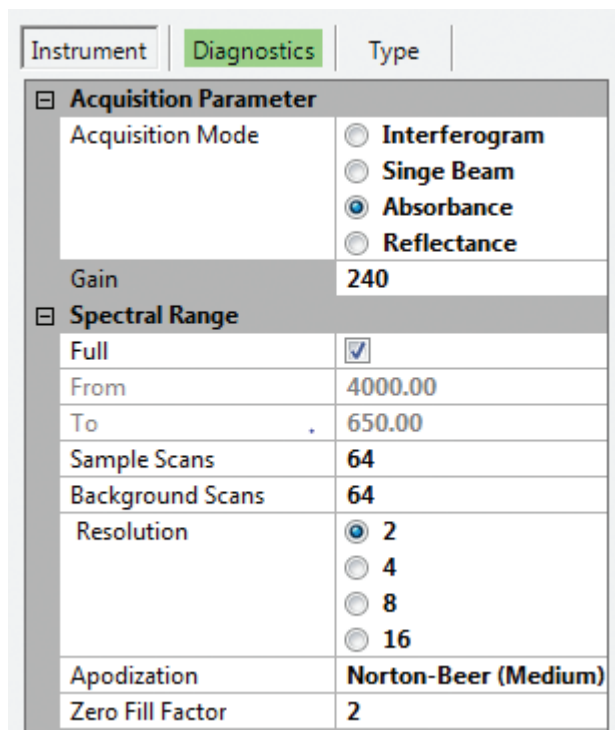


图 1. 数据采集参数的屏幕截图

采样接口

- 可互换的采样附件无需校准，可使学生掌握并轻松练习透射和 ATR 等不同实验方法
- 采样接口包括钻石晶体 ATR、漫反射、固体、液体和气体透射采样接口，也包括用于液体分析的安捷伦独有的创新型 DialPath 技术
- 钻石晶体 ATR 采样接口是反应原料、试剂和产品分析的理想选择。它不易划伤，并有极高的耐化学腐蚀性 (pH 1-14)
- ATR 采样接口能够对随机采集样品和纯反应混合物进行分析，无需进行样品稀释
- 粉末压头可确保固体与 ATR 晶体接触实现良好光学接触，但压力不会过大，也就是不会因过压而损坏钻石窗片

软件 and 用户界面

- 高度可视化的直观软件使用户基本无需培训即可进行数据采集
- 实时光谱显示结合 ATR 粉末压头可确保固体样品与钻石 ATR 晶体实现适度接触
- 实验结果能以学生姓名或其他字段为标识进行存储
- 学生可通过与机载红外光谱库中的光谱进行对比，以对原料、所分离的中间化合物以及最终产品的鉴定进行验证
- 数据文件格式可轻松转移至标准市售数据处理、分析和显示软件中进行其他方式的处理
- 一体式分析方法可确保最佳运行效率

MicroLab Expert 软件能够查看和处理光谱数据，多级用户在学术背景下进行合成和研发实验室工作等非常规分析尤其有用。MicroLab Expert 软件是一款功能全面的软件包，可实现：

- 光谱显示和处理
- 数学运算功能
- 官能团分析
- 谱库搜索
- 单变量和多变量定量分析选项

MicroLab Expert 软件还可与 MicroLab PC 中的方法指导工具实现无缝连接，在入门实验室设置中保留了这款软件的全部优势。

对参数选择的一些评论

- **扫描次数：**如果对速度有要求，可减少至 32 甚至 16 次。使用 64 次扫描仍可使扫描时间控制在 1 分钟左右
- **切趾模式：**Boxcar 切趾模式常用于使谱带或谱线宽度最小化。在这种情况下，改变为 Norton-Beer 中切趾模式不会使谱线宽度发生明显改变。谱线保持良好分离且基线波动减少，从而改善了光谱的峰形
- **零填充因子：**将 ZFF 增加到 2 之后，可使用非零填充在计算结果相应变换的每个现有点之间插入一个数据点。这一操作会改善峰形，同时不增加谱线宽度。但缺点是文件会增大一倍，如不使用切趾法，基线的波动也会增强。

教师可让学生学习如何设置实验参数，并指导他们通过快速改变参数观察对结果造成的影响。例如，如果希望得到 $H^{35}Cl/H^{37}Cl$ 同位素比，那么可使用 Boxcar 切趾模式和附加的零填充改善所显示的光谱以进行此类测量。另外，教师也可以设置实验参数，并加载在一键式模式下运行的实验方法。

讨论 — 氯化氢气体光谱的测量

本实验常用于通过检测 H^{35}Cl 振动基本谱线的精细结构来测定转动常数等几个光谱参数。假定 HCl 分子相当于通过常数为 k 的刚性弹簧连接的两个原子，围绕 r 的核间距进行转动，则可以从适当光谱常数中提取出这些分子参数。

双原子气体的光谱测量必须采用足以使分子转动谱线实现充分分离的分辨率，以实现准确的谱线位置测量。当 Cary 630 在 2 cm^{-1} 的分辨率下运行时，可提供预期的光谱结果。

采集到的 HCl 光谱结果如图 2 所示，图中显示了来自每一个 P 和 R 分支的 10 条谱线。这些数据可根据教师指定的实验目标用于计算物理常数和光谱值。

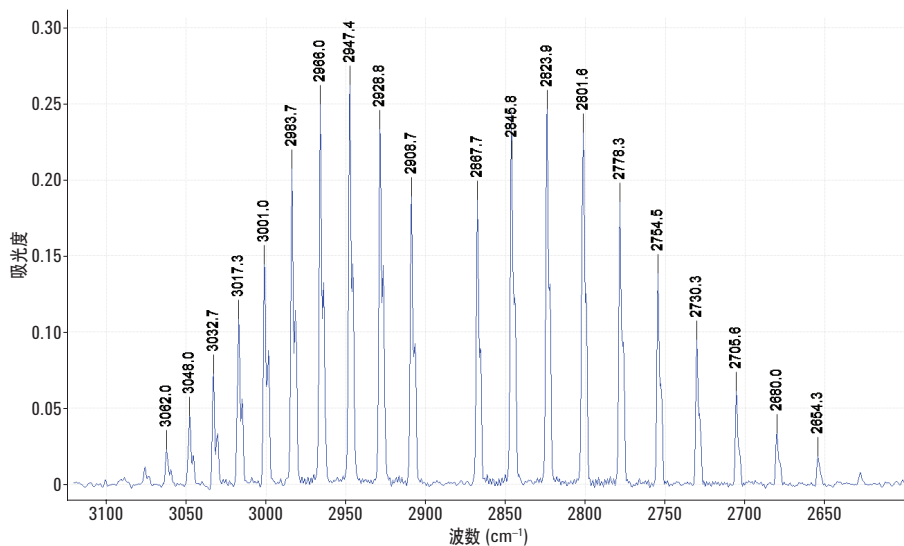


图 2. HCl 的吸收光谱。P 支谱线显示于图中心右侧，R 支谱线显示于图中心左侧

结论

Agilent Cary 630 FTIR 具有多功能采样、简便易用以及稳定系统组件的独特组合，另外还拥有极高性价比以及长期运行的低成本。因此，该光谱仪可有效满足甚至高于多用户学术环境的需求和需要。分析仪器、物理化学和有机化学实验室的学生将会发现这款光谱仪是帮助他们开展工作的最佳选择，教师们也会发现该系统可实现无故障运行。

本应用简报展示了 Cary 630 FTIR 在一般物理化学实验室中对氯化氢转动-振动光谱的测量结果。采集的光谱可为学生提供用于计算分子物理性质参数的测量值，其中包括平均键长、转动常数和基本谱线位置。

参考文献

1. 仅通过简单网络搜索即可找到的大量实验室实验。内容中描述了样品处理、注意事项、原理和计算方法，利用采集到的光谱数据编写报告时需要这些内容
2. Garland, Nibler, Shoemaker. Experiments in Physical Chemistry, Ed 8 (2008).

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的信息，请访问我们的网站 www.agilent.com。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2016

2016年5月4日，中国出版

5991-6851CHCN



Agilent Technologies