

态金属离子源体高分辨成像 SIMS 得以实现;飞行时间质谱计提高了透过率和分辨率,扩大了可测质量范围。低能离子和快速原子轰击用来进行分子分析研究。这些都将在不同程度上扩大了 SIMS 的应用范围。

2.5. 离子散射谱(ISS)

对低能离子束与材料表面原子弹性碰撞后散射粒子的能量分布和角分布进行测定,是离子散射谱的分析基础。在谱图上根据峰位和峰强可鉴别表面原子的种类和相对量,根据峰位和峰强随入射角和反射角的变化可获得表面结构信息。

ISS 突出的优点是具有极高的表面灵敏度,信息来自表面原子层(约 0.3nm),是研究最表层组分和提供表面信息的有效手段。ISS 有极高表面灵敏度,主要是与离子的中性化效应和弹性屏蔽效应有关。因为离子能量足够低时,在它透入材料的深度增加的同时,中性化几率急剧上升,而 ISS 中的静电分析器是电荷选择性的,从而把测得的离子限制在仅仅与最表层原子相互作用的背散射离子上,这就意味着极高的表面选择性。

用电子能谱法很难区分 A 是吸附在 B 表面上,还是处于 B 下。大多数吸附是表面层上的吸附,但也还有层下的吸附。例如采用 ISS,由于取样深度仅及最表原子层,上述问题就可以得到解

答。有时也需要了解吸附在表面上的分子,是平行于表面,还是垂直于表面,可从离子散射信号加以辨别。这些研究对于诸如润滑油中的添加剂对边界摩擦的影响以及材料保护机理的探索,都是十分有用的。

2.6 原子探针场离子显微镜(FIM)

场离子是显微镜与质谱仪结合组成的新仪器,是当前固体表面分析技术的顶峰,其特点是能够对样品表面上的单个原子进行分析,放大倍数 $10^6 \sim 10^7$ 倍,分辨率为 0.25nm,能够得到单个原子图象。故可用于空位、置换原子、间隙原子、位错、层错、原子偏聚、晶界偏析、辐射损伤以及相变过程中原子分布的细节研究。这些是用其它方法难以得到的信息。但在使用上有很多困难,制样较难,由于极高电场的作用,真空点阵原子位置图象发生了畸变,靠近点阵畸变处的部位不宜进行研究。设备太复杂,难于推广使用。

参考文献:

- [1] 国家机械委统编,金属物理测试技术,机械工业出版社,1988:143
- [2] 沫静等编,分析电子显微学,科学出版社,1987:203
- [3] 肖纪美,材料科学与工程,1987,(8):13

毛细管气相色谱法测定工业 2-巯基乙醇的纯度

李瑞峰 王雅婧

中国石化大庆石油化工总厂

【摘要】介绍一种新开发的毛细管气相色谱测定工业 2-巯基乙醇(2-ME)纯度的试验方法。该方法载气为氮气,样品选用工业正丁醇稀释,稀释液经 $12\text{m} \times 0.53\text{mm} \times 1\mu\text{m}$ 聚乙二醇 2 万石英毛细管柱分离,采用氢火焰离子化检测器检测,外标法定量。2-ME 纯度分析数据相对标准偏差小于 1%,回收率优于 98.9%;样品单次分析时间约为 16.5min,方法操作简单、快速,结果精密、准确,适用于工业 2-ME 纯度的质检分析。

1. 前言

工业 2-巯基乙醇(2-Mercaptoethanol)是合成聚丙烯腈的分子量调节剂。在环氧乙烷与硫化氢反应生成的 2-ME 产品中,易残留少量的催化剂、溶剂(脂肪胺、饱和醇等)和水分、硫代二甘醇等杂质^[1,2],准确地测定 2-ME 纯度,对控制和检验该产品的质量十分重要。

2-ME 纯度的测定有作者以往研究开发的分流进样高负荷普及型毛细管气相色谱法^[2]。我们又利用直接闪蒸全量注样最高负荷低分离型毛细管气相色谱法,建立了 2-ME 产品的纯度测定方法,并对实际样品进行了测定,取得了满意结果。

2. 实验部分

2.1 仪器与试剂、样品

日本岛津(Shimadzu)公司 GC-16A 型气相色谱仪,AOC-9 型自动选样器,C-R4A 型色谱数据处理机;瑞士梅特勒(Mettler)AE-160 型电子分析天平。

2-ME(标准品,德国 E. Merck),2-ME(工业级,黑龙江省绥棱化工厂),正丁醇(工业级,本厂)。

2.2 色谱条件

色谱柱:PEG 20M 石英毛细管柱,12m×0.53mm×1μm;载气(高纯氮,北分厂)线速度:20.6cm/s;温度:汽化室 200℃。柱室 100℃恒温,FID 检测器 250℃;放大器量程:10²;数据处理参数略;进样量:1μL;色谱分析时间:16.5min。

2.3 标准溶液的配制

分别称取 2-ME 标准品 0.0998、0.3249、0.5373、0.6935、1.0612g 于 100ml 容量瓶中,用正丁醇定容至刻度,作为标准溶液。

3. 结果与讨论

3.1 色谱柱的选择

对于工业 2-ME 的分析,文献^[2]使用 50m×0.33mm×0.50μm 极性交联(键)PEG20M 石英

毛细管柱;我们又选用 12m×0.53mm×1μmPEG 20M 石英毛细管柱。

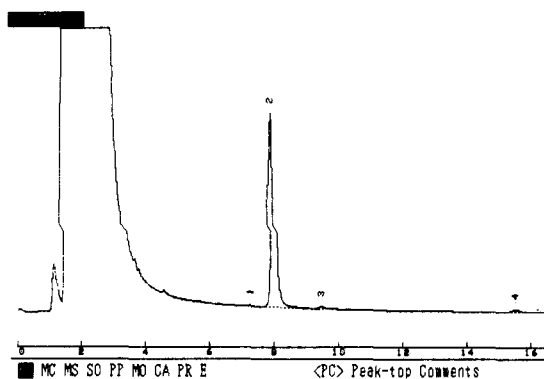


图 1. 工业 2-ME 稀释液色谱图

峰:2——2-ME;

其它——工业正丁醇溶剂峰及其和 2-ME 中杂质。

3.2 色谱峰的鉴定

工业 2-ME 稀释液的色谱图见下图,根据 2-ME 标样的 GC 色谱图谱峰保留时间,确定 2-ME 峰位。在所选定的色谱条件下,2-ME 的保留时间为 7.96min 左右,2-ME 与正丁醇和 2-ME 中杂质及正丁醇溶剂峰得到很好的分离。

3.3 线性回归分析

在前述色谱条件下,测绘上述标准溶液的色谱图,以 2-ME 的峰面积 A(μV·S)为横坐标,相应标准溶液的浓度(cmg/ml)为纵坐标作图,得一条直线,数据见表 1。其直线回归方程为:C=2.478×10⁻⁵A+0.298。相关系数 r=0.9998,说明在 0.998~10.612mg/ml 范围内,2-ME 的浓度与峰面积线性关系良好。

表 1. 标准曲线测绘数据

	1	2	3	4	5
A(μV·S)	29689	120222	199658	269148	417242
	(7,1.14)*	(10,0.65)	(10,0.76)	(10,0.84)	(10,0.37)
C(mg/ml)	0.998	3.249	5.373	6.935	10.612

* 括号内数据为 n. RSO%。

3.4 样品分析

称取待测样品 0.6000g 左右于 100ml 容量瓶中,用正丁醇定容至刻度,作为供试液,计算其表观浓度 C_1 (mg/ml)。在前述色谱条件下,测绘供

试液的色谱图,如图 1,用 2-ME 的峰面积($\mu V \cdot S$)求出其实际浓度 C_2 (mg/ml),按下式计算纯度, $2-ME\% = C_2/C_1 \times 100\%$,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

	1	2	3	4	5	6	7	平均值	RSO%
2-ME%	98.072	98.123	98.441	98.709	98.994	100.067	100.467	98.982*	0.95

* 面积归一化分析数据 99.225%^[2];水分 0.243%,文献^[2]值 0.25%。

3.5 回收率测定

分别称取已知含量的样品和标准品适量,混合于 100ml 容量瓶中,用正丁醇定容至刻度,按样品测定方法测得混合物中标准品的量,计算回收率,结果见表 3。

表 3 回收率测定结果

2-ME 加入量 (mg/ml)	测得量 (mg/ml)	回收率 (%)
4.519	4.471	98.94
5.966	5.905	98.98
7.752	7.670	98.94

4. 结论

采用恒温 PEG 20M 石英毛细管柱气相色谱—氢火焰离子检测分析系统测定 2-ME 纯度是一种比较理想的试验方法。所建立的方法与文献^[2]中的方法相比,具有实验条件易于控制、操作简便、分析速度快、可靠性高的特点,可用于生产及质检中控制和检测 2-ME 的产品质量。

参考文献:

- [1]杨鼎文,辽宁化工,1992,(1):9~14
[2]李瑞峰等,国外分析仪器技术与应用,1996,(1):73~77

智能化测温装置的数字式非线性校正方法

朱 杰

上海交通大学电子工程系

【摘要】本文详细阐述了数字式非线性校正方法在测温装置中的应用。采用数字式非线性校正方法可以很好地解决温度传感器的非线性问题,使测量精度得以提高。

1. 问题的提出

在温度测量中,无论是采用热电偶,还是热电阻作传感器,传感器的输出信号与被测参数之间往往是非线性的函数关系。并且,由于传感器的输出信号一般都较小,必须经过前置放大和 A/D 转