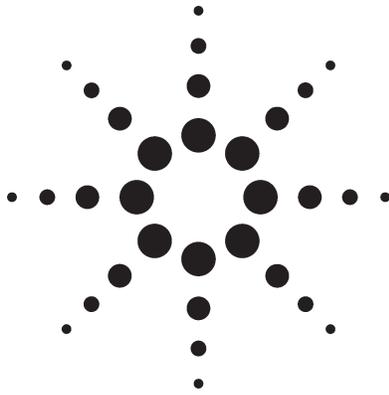


苯中痕量含氮化合物的分析



技术概要

简介

通过使用高选择性的加工催化剂，可使苯中痕量氮化合物的规格变低。分析实验室必须跟上这一趋势的发展，提高方法灵敏度以测定这些痕量物质。大多数情况下，由于其它痕量物质的干扰使通用型检测器（如火焰离子化检测器）的应用受到限制。氮化学发光检测器的应用不仅仅是因为它的灵敏度能够达到要求，同时还有它的专用性。

本技术概要介绍了高纯苯中痕量含氮化合物的测定方法，包括：乙腈，1-甲基2吡咯烷酮，4-甲酰基吗啉。

讨论

多数情况下，使用通用型检测器（如火焰离子化检测器）可以测定芳香溶剂（如苯）中的含氮化合物。然而当氮或硫的含量低至痕量水平时，由于仅靠色谱技术不能完全分离，会有其它痕量物质的干扰。在这种情况下使用化学发光检测器能提供很好的解决方案。

安捷伦 255 型氮化学发光检测器的灵敏度可以达到分析的要求，并且没有任何烃类的干扰。

图 1 说明了氮化学发光检测器的选择性，即使溶剂苯的含量为 99% 也没有检测到溶剂峰。图 2 说明了在所关心的浓度范围内，该检测器在测定吗啉时的线性。

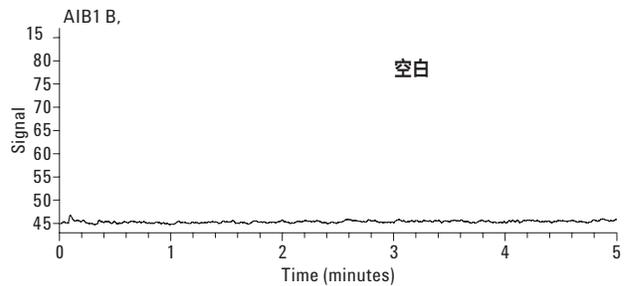


图 1. Agilent 255 NCD 分析苯空白样。该色谱图中没有烃干扰。
注意：大约 20 s 处有少量乙腈的色谱峰

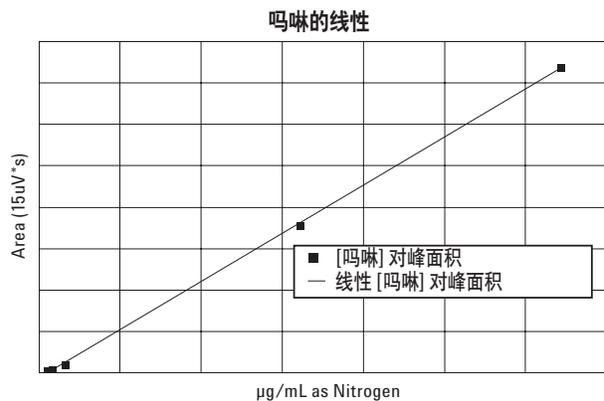


图 2. 图中吗啉的线性响应说明 255 NCD 的优点



255型 NCD 可以安装在几乎所有市售气相色谱仪上。一般情况下希望将 255 型 NCD 安装在现有的样品测定和过程分析的气相色谱仪上。而氮化学发光检测器以第二通道的形式安装相当简便。另一方面,一些实验室在对于不同的测定参数还是喜欢分别测定。

一般情况下痕量含氮化合物的测定比较困难。由于氮的吸附多数情况下会产生拖尾,这是一个气相色谱问题。所以所有检测器在测定含氮化合物时都会产生拖尾,拖尾的情况取决于:含氮化合物的种类、浓度及柱类型。然而下面的色谱图说明在测定苯中痕量含氮化合物时,氮化学发光检测器测定 ppm 及亚 ppm 氮的能力。

图3显示的是氮含量为 0.5 ppm 时的信噪比。事实上按照本技术概要的操作条件,对氮的测定可达到 0.2 ppm。采用一些特殊的技术,如大体积进样,能得到更低的检测水平。这种技术只适用于沸点高于苯的物质。

图4显示了氮含量大约为 5 ppm 时好的信噪比。需要注意的是,在该浓度下峰形明显得到改善。甚至在氮的浓度更高时也能得到好的峰形。当使用的柱子液膜较厚或者是经过失脱活处理后峰形会更好。拖尾对结果的准确度和精密密度都有一定影响,但是从样品的测定结果看,重复性还是比较好的,浓度为 0.5-1 ppm 时,相对标准偏差为 10%。

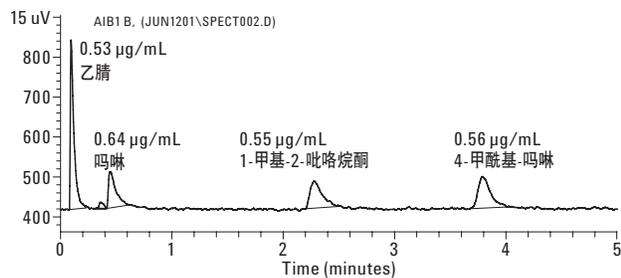


图3. 苯中含 0.5 ppm 氮的痕量含氮化合物的色谱图

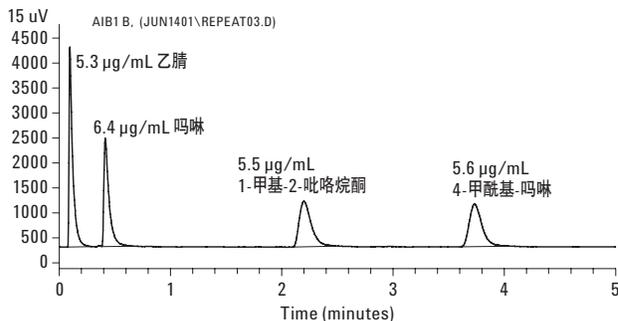


图4. 苯中含 5-6 ppm 氮的痕量含氮化合物的色谱图

操作条件

气相色谱	
温度:	50 °C
氮气载气流量:	7.4 mL/min
柱子:	10 m × 0.53 mm id × 2.65 mm HP-1 柱
分流进样:	1:4
进样器温度:	220 °C
进样量:	2 mL
检测器	
燃烧器温度:	800 °C
氢气流量:	20 mL/min
氧气流量:	14 mL/min

更多信息

如需了解本公司产品和服务的更多信息,请访问本公司网站: www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦对本材料中的错误与设备、性能或本品的使用有关的意外伤害或由此造成的损失不负任何责任。

本文中的信息、说明和指标,如有变更,恕不另行通知。
© 安捷伦科技有限公司。2007

2007年5月中国印刷
5989-6774CHCN