

# Application News

## No. G307

### 气相色谱法

## 依据 ASTM D7011 使用 Nexis™ SCD-2030 分析苯中微量噻吩

噻吩等硫成分在会使催化剂中毒，同时燃烧时会产生二氧化硫污染大气，因此在石油质量管理控制中需要使用高灵敏度的检测器进行分析。作为使用气相色谱法的分析实例，在应用方法 No. G291 中介绍了使用火焰光度检测器（FPD）进行的分析。

ASTM D7011 介绍了一种分析苯中痕量噻吩的方法，使用化学发光硫检测器（SCD）作为气相色谱检测器，检出限约为 0.03 mg / kg，比 GC-FPD 方法低。

新型硫化学发光检测系统 Nexis SCD-2030（图 1）是具有一流灵敏度、稳定性、选择性地检测硫化物种类的系统。本文中介绍了依据 ASTM D7011 使用 Nexis SCD-2030 分析苯中噻吩的高灵敏度分析实例。

Y. Nagao



图 1 Nexis™ SCD-2030

### ■ 设备配置和分析条件

设备配置和分析条件如表 1 所示。GC 分析条件依据

Main Unit	: Nexis GC-2030/AOC-20i plus
Column	: SH-Rtx™-WAX (30 m×0.32 mm I.D., df=1 μm)
Detector	: SCD-2030
Injection Volume	: 1 μL
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 1 : 5
Injection Unit Temp.	: 125 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Constant Column Flow Mode (2.00 mL/min)
Column Temp.	: 40 °C (2 min)-10 °C/min-100 °C (1 min)
Interface Temp.	: 200 °C
Furnace Temp.	: 850 °C
Detector Gas	: H <sub>2</sub> 100 mL/min, N <sub>2</sub> 10 mL/min, O <sub>2</sub> 12 mL/min, O <sub>3</sub> 25 mL/min

### ■ 微量噻吩的分析

使用无噻吩苯稀释噻吩，调制浓度为 10 ~ 1000 ppb(v/v) \* 1 的标准溶液。

图 2 显示了噻吩洗脱位置的色谱图，扩展并比较了噻吩 10 ppb, 50 ppb, 无噻吩苯和高纯度苯。如图 2 所示，高纯度苯中可能含有数 ppb 的噻吩，分析数十 ppb 左右的微量噻吩时，需要无噻吩苯。

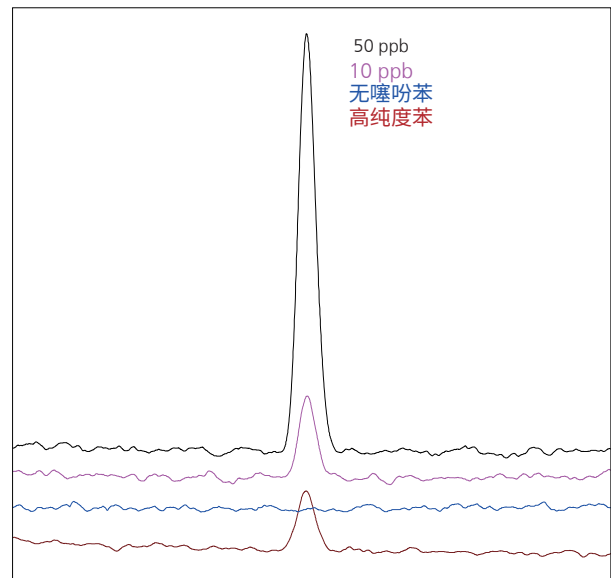


图 2 微量噻吩和各种苯中的噻吩溶出位置比较  
(仅在另一天测量高纯度苯并且将 RT 组合用于比较)

\*1 1000ppb(v/v)≒1.2 mg/kg

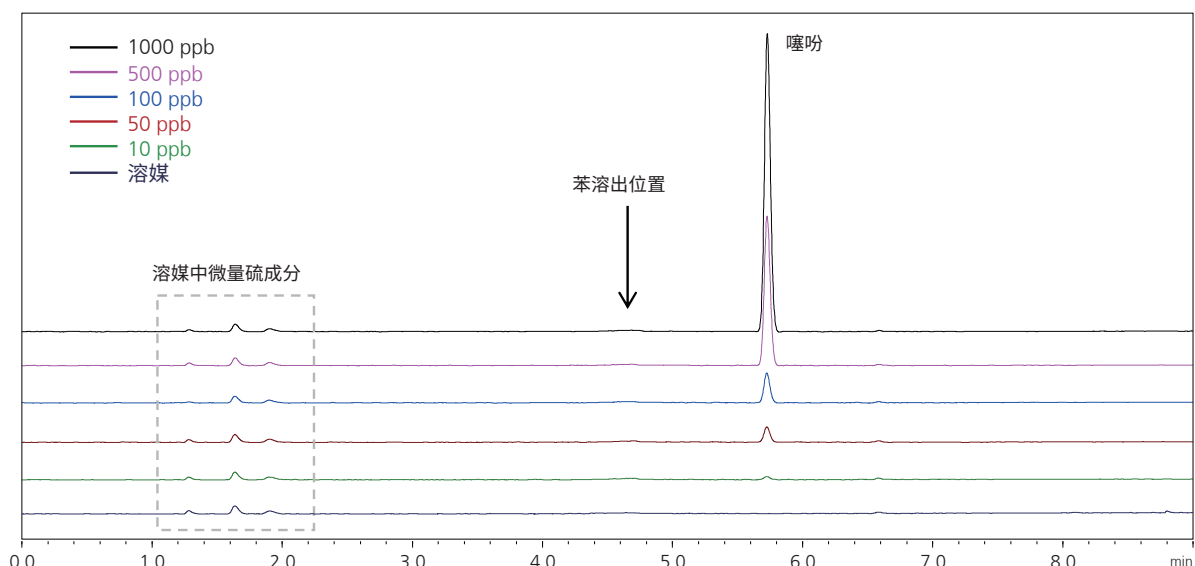


图3 2,4-二硝基苯酚标准溶液（10~1000 ppb）及溶剂（无2,4-二硝基苯酚）的色谱图比较

## ■ 标准样品的分析

标准溶液的分析结果如图3所示。由于此处为色谱图比较，因此转换了基线。此外，本分析中使用的无2,4-二硝基苯酚中含有在保留时间1~2 min中溶出的微量硫成分。

表2归纳了以n=6进行分析时的保留时间、面积值的重复性（RSD%）与S/N平均值。确认10 ppb 2,4-二硝基苯酚时灵敏度为S/N = 5.37。此时，将定量下限规定为S/N=10后，可计算本分析的定量下限约为18 ppb。由此可知，本分析系统具有可定量低于ASTM D7011中记述的0.03 mg/kg(≈ 25 ppb(v/v))的低浓度2,4-二硝基苯酚的灵敏度。

图4显示从这些标准样品获得的校准曲线。R<sup>2</sup>值在0.9999以上，均得到了良好的线性。应用新闻No. G291中介绍的GC-FPD中，根据该检测原理，使用硫化化合物的浓度-面积的两对数，制成直线的校准曲线。另一方面，在SCD中，可使用硫化化合物的浓度-面积的实数值，制成直线的校准曲线。

表2 样品的保留时间、面积值和S/N的值 (n=6)

浓度 (ppb)	保留时间 RSD (%)	面积值 RSD (%)	S/N 平均值
10	0.027	9.47	5.37
50	0.006	0.58	30.0
100	0.015	0.39	57.9
500	0.011	0.57	280
1000	0.013	0.51	544

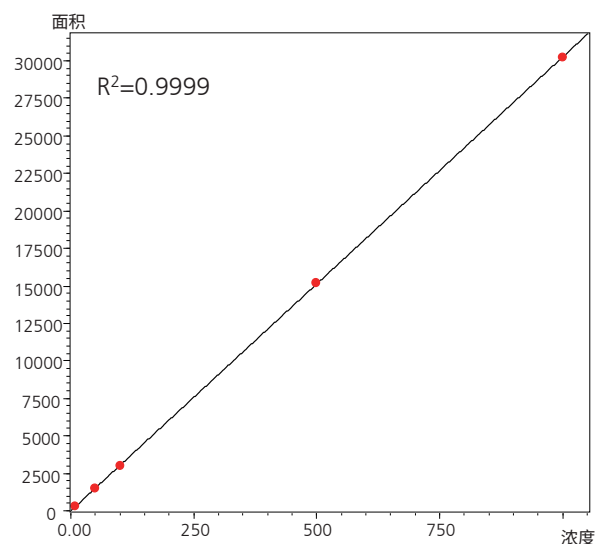


图4 2,4-二硝基苯酚校准曲线（10-1000 ppb）

## ■ 总结

使用新型硫化化学发光检测系统 Nexis SCD-2030、依据 ASTM D7011 分析苯中微量2,4-二硝基苯酚。

Nexis SCD-2030 具有一流的灵敏度和稳定性，在本分析中表现出良好的灵敏度和重复性、线性。结果表明，使用本系统可实现 ASTM D7011 的分析。

Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Rtx 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2019年5月