

化学纯度分析

Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪与 FID 联用的技术优势



前言

单环芳烃是用于生产聚合物的重要通用化学品。ASTM 委员会 D16 针对许多这类化学品规定了纯度指标。ASTM D7405 方法使用气相色谱测量整体化学纯度和关键杂质含量，以此对这些指标提供支持。这些分析通常由生产技术人员执行，这类分析化学人员并非训练有素的分析化学家。为在简化方法的同时确保精密度，D7504 方法通过使用有效碳数 (ECN) 响应省略了样品前处理和仪器校准步骤。为使这种技术更高效，必须在单次运行中检测 10^{-4} 至 99.5%（重量百分比）的样品组分。

Agilent Intuvo 9000 气相色谱设计旨在使常规化学纯度分析简单快速

- 快速安装运行的色谱柱设计无需专业的色谱柱安装技能
- 自动调节检测范围的火焰离子化检测器可在较宽的浓度范围内对峰响应进行定量测定，不会超载
- 小巧体积和低资源占用适合用于生产实验室
- 简单、直观的触摸屏界面

如需更多信息，请访问：

www.agilent.com/chem/intuvo



Agilent Technologies

方法

气相色谱仪器条件

参数	值
进样口	100:1 分流, 270 °C
进样量	0.5 µL
色谱柱	Agilent HP-Innowax, 60 m × 0.32 mm, 0.5 µm (部件号 19091N-216-INT)
恒定色谱柱流速	2.1 mL/min 氦气
柱温	60 °C 保持 10 min 以 5 °C/min 的速率升至 150 °C, 保持 10 min
检测器	火焰离子化检测器 300 °C

结果与讨论

图 1 显示了二甲苯混合样品连续 10 次进样获得的结果。在单次进样中, Agilent Intuvo 9000 气相色谱火焰离子化检测器 (FID) 能够对四个大 C8 芳烃峰以及较小杂质峰进行定量分析。表 1 列出了定量分析结果。该样品中的所有组分均达到了单实验室精密度。

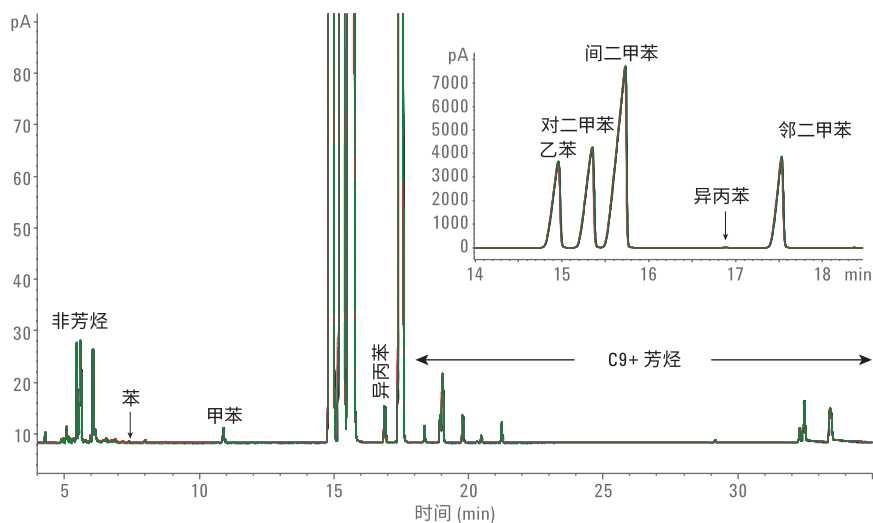


图 1. 混合二甲苯 10 次分析的叠加图。自动调节检测范围 FID 在单次运行中对小峰和大峰同时进行定量检测

表 1. 混合二甲苯的 10 次 D7504 分析结果

运行	非芳烃 重量%	甲苯 重量%	乙苯 重量%	对二甲苯 重量%	间二甲苯 重量%	异丙基苯 重量%	邻二甲苯 重量%	C9+ 芳烃 重量%
1	0.1982	0.0101	16.84	21.05	46.43	0.0221	15.29	0.1667
2	0.1991	0.0100	16.83	21.05	46.43	0.0219	15.30	0.1662
3	0.1986	0.0100	16.84	21.05	46.43	0.0218	15.29	0.1646
4	0.1994	0.0100	16.83	21.05	46.43	0.0219	15.30	0.1595
5	0.1984	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1623
6	0.1993	0.0101	16.84	21.04	46.43	0.0219	15.31	0.1651
7	0.2008	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1632
8	0.1998	0.0101	16.84	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1566
9	0.2005	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1624
10	0.2005	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.31	0.1633
平均值	0.1995	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1630
标准偏差	0.00092	0.00005	0.004	0.004	0.003	0.00007	0.006	0.00307
ASTM SD	0.00700	0.01400	0.007	0.029	0.021	0.00003	0.010	0.00100

还通过运行高纯度甲苯样品证明了 Intuvo 9000 FID 较大的自动响应范围 (图 2)。请注意, 该检测器能够对 0.16-13500 pA 的峰作出响应。这表示浓度差异大到从 18 ppm 至 99.97% (重量百分比)。

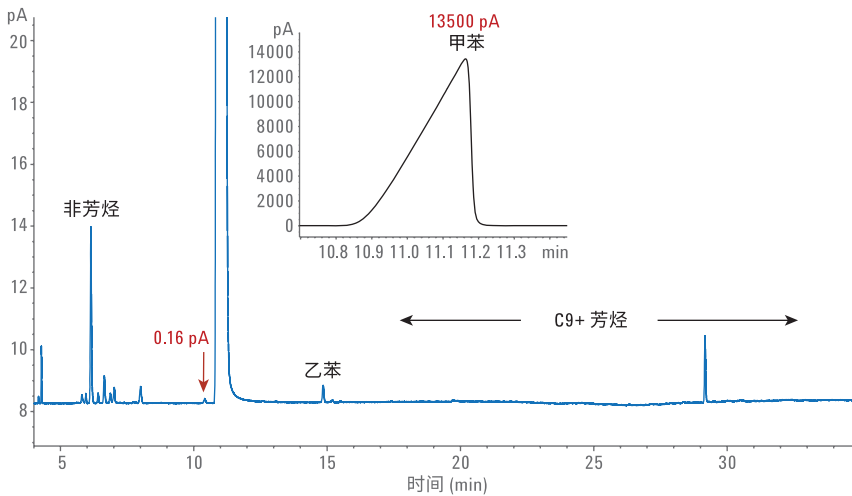


图 2. 纯化甲苯的 D7504 分析结果。在单次运行中可对极大组分 (99.97 %) 和极小组分 (18 ppm) 进行测量

结论

化学行业已经认识到简单易用的方法在单环芳烃常规气相色谱分析中的必要性。ASTM 方法 D7504 的开发是为实现这一目标而取得的重大进展，该方法使用 ECN 响应来避免对专业样品前处理和校准的需求。为了实现对更简单气相色谱方法的需求，Agilent Intuvo 9000 气相色谱引入了快速色谱柱安装技术，因此具有任意经验水平的操作人员都能快速而正确地更换气相色谱柱。此外，自动调节检测范围的 FID 使 ECN 响应方法的执行简单有效，从而获得高精密度分析结果。

参考文献

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org

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

安捷伦科技大学：
<http://www.lscs-china.com.cn/agilent>

浏览和订阅 Access Agilent 电子期刊：
www.agilent.com/chem/accessagilent-cn

www.agilent.com
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 8 月 1 日，中国出版
5991-7220CHCN



Agilent Technologies