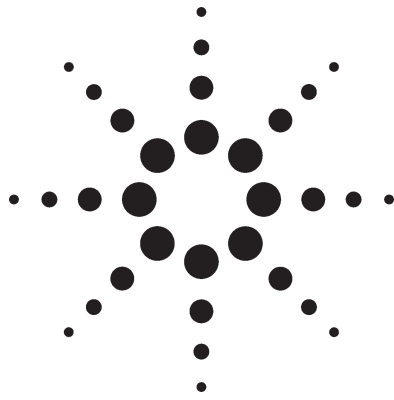


用气相色谱和 Agilent 255 型双等离子体氮化学发光检测器分析硝基芳香化合物和炸药



技术概要

简介

硝基芳香化合物常作为溶剂和一些高价值有机化合物的前体来使用，如一些药物的前体。另外，一些硝基芳香化合物有的自身就是炸药，有的则是炸药的前体。通常许多高能量（不稳定）的含氮化合物遇热或受到撞击就会发生爆炸。这些化合物的分析对于研发、工艺、法医、环保等都是十分重要的。

由于这些物质本身固有的一些性质，使分析时物质的处理受到一定的限制。在气相色谱中，使用传统的或者是未经处理的分流进样器是不合理的，因为进样器的温高会使被分析物发生热分解。另一方面，要使被分析物汽化则需要足够的温度。被分析物在色谱柱内也有可能发生分解，所以应在提供足够分离度的较低的柱温下分离被分析组分。同时要选择不催化被分析物热分解的材料。

安捷伦双等离子体氮化学发光检测器(NCD)提供了高效、稳定性好、灵敏度高和选择性好的专门测定含氮化合物的方法。它对氮具有高的选择性，相对碳可达108倍，因此该检测器也可以用于存在潜在干扰时检测物质中的氮化物。检测器在真空下运行，这点与质谱相似。可采用低的洗脱温度，以用于热不稳定化合

物的分析。另外在测定方法的检出限时，选择性要比灵敏度更重要。对于NCD，灵敏度和选择性都很高，允许大体积进样或是色谱柱同时连有质谱仪。

本技术概要说明配有NCD的气相色谱仪，分析含氮化合物的能力，例如硝基芳香化合物以及与炸药有关的化合物。分析使用的色谱柱是该类分析专用的Restek柱。Restek同时开发了选择性略有不同且可用于验证性分析的一类柱。

该类分析常用的检测器是质谱(MS)检测器和电子捕获(ECD)检测器。它们都有各自的优点，如质谱的定性能力以及ECD的灵敏度。NCD由于自身的选择性和灵敏度，使其不仅能取代质谱、电子捕获检测器、氮磷检测器，同时还可以用于测定技术的补充和验证。实验条件如下表1所示。

测试样品包括Agilent NCD测试混合标样的以及Restek混合标准物，含有硝基芳香化合物，Restek混合物使用的是Restek8095A和B。它们的Restek编号分别是31607和31608。



表 1. 实验条件

气相色谱仪	Agilent 6890 GC
进样器	冷柱头进样, 柱前压 2 psi, 进样量 0.2 μ L
程序升温	初温 60 $^{\circ}$ C 保持 1 分钟, 以 10 $^{\circ}$ C/分钟升至 160 $^{\circ}$ C, 再以 30 $^{\circ}$ C/分钟升至 300 $^{\circ}$ C, 保持 3 分钟
色谱柱	Rtx-TNT, 6 m, 0.53 mm id, 1.5 μ m, Restek 12998 号
检测器	Agilent 255 型双等离子体 NCD, 温度 300 $^{\circ}$ C, 燃烧器温度 900 $^{\circ}$ C, 氧气流量 8 SCCM, 氢气流量 4 SCCM

图 1、2 和 3 是甲苯中含氮混合物检测的结果。8095 标准混合物的稀释比为 1:50, 溶剂使用的是甲苯。标准混合物 A 和 B 使用甲苯为溶剂各按 1:100 的比例稀释。值得注意的是含氮混合物的检测中没有溶剂峰的出现, 这是由于同碳相比, NCD 对氮的选择性非常高。在其他的混合物中前面的溶剂峰是由于存在乙腈。除了 HMX 其他的峰形都非常好, HMX 的峰前伸及拖尾是由于柱内的分解造成的。由以上几张色谱图可以看出该检测器在低浓度下成功检测含氮化合物的能力。由于 NCD 的高灵敏度, 也可检测低于 ng 级的对含氮化合物。

感谢 Restek 公司 (www.restekcorp.com; Bellefonte, PA, USA) 为本项研究赠送气相色谱柱。

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。

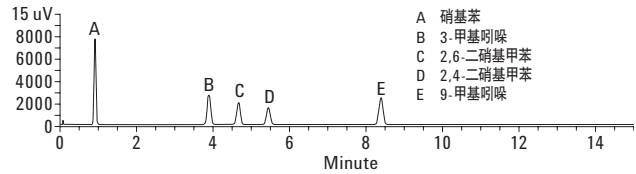


图 1. 含氮化合物标准样混合物的检测, 峰代表柱上约 2 ng 的氮 (0.2 μ L, 10 μ g/ml 样品)

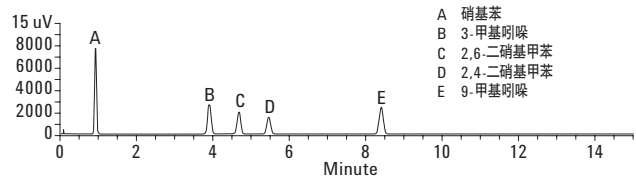
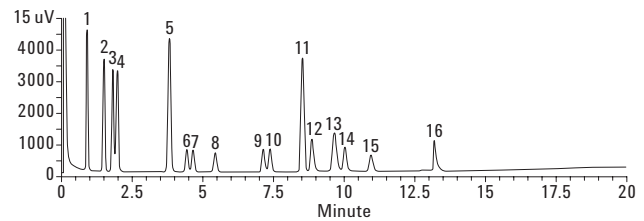


图 2. 用甲苯将 Cal Mix 8095A 按 1:50 稀释, 峰代表柱上约 4 ng 化合物 (0.2 μ L 浓度为 20 μ g/ml 样品)



- | | |
|--------------|--------------------|
| 1 硝基苯 | 10 三硝基甲苯(TNT) |
| 2 2-硝基甲苯 | 11 季戊四醇四硝酸酯(PETN) |
| 3 3-硝基甲苯 | 12 三甲撑三硝基胺(RDX) |
| 4 4-硝基甲苯 | 13 4-氨基-2,6-二硝基甲苯和 |
| 5 甘油三硝酸酯 | 3,5-二硝基苯胺 |
| 6 1,3-二硝基苯 | 14 2-氨基-4,6-二硝基甲苯 |
| 7 2,6-二硝基甲苯 | 15 三硝基苯甲硝胺(Tetryl) |
| 8 2,4-二硝基甲苯 | 16 HMX |
| 9 1,3,5-三硝基苯 | |

图 3. 用甲苯将 Cal Mix 8095A 和 B 按 1:100 稀释, 峰代表大约 2 ng 化合物 (10 ng, 3,5-二硝基苯胺)

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坏不负任何责任。

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
5989-6776CHCN