

**关键字**  
气相色谱  
PFPD  
硫

## PFPD 定量检测硫化物的选项

### 简介

脉冲式火焰光度检测器（PFPD）本质上是一个克分子数等量响应的检测器；硫的化学发光响应与其物质的分子结构是独立的。不管其物质的结构，固定浓度的硫将给出相同的 PFPD 的响应，这个特性能够定量复杂样品中的硫的浓度。单独一个硫物质的已知浓度的校准将能够定量未知物质的个独立色谱峰的硫浓度。采用克分子数等量的硫响应的功能定量的不同方式的例子描述如下。

### 采用混合物定量总硫

1. 购买一个与需要分析的样品基体相同的、已知硫浓度的标准（例如：汽油、柴油等）。标准中的硫浓度与样品中的浓度大致相同。
2. 如果需要的话，用清洁的、不含硫的溶剂稀释标准至与样品相当的浓度范围。
3. 在与样品同样的条件下分析标准。确认在平方根功能“开启”时获取数据。
4. 检测整个色谱中的总积分峰面积，并采用它计算硫的响应因子（RF），显示于图 1。

$$RF = \text{总峰面积} / \text{硫浓度}$$

5. 获取未知样品的数据并检测整个色谱中的总积分峰面积。用第四步中的 RF 计算样品中的硫浓度。

$$\text{硫浓度} = \text{总峰面积} / RF$$



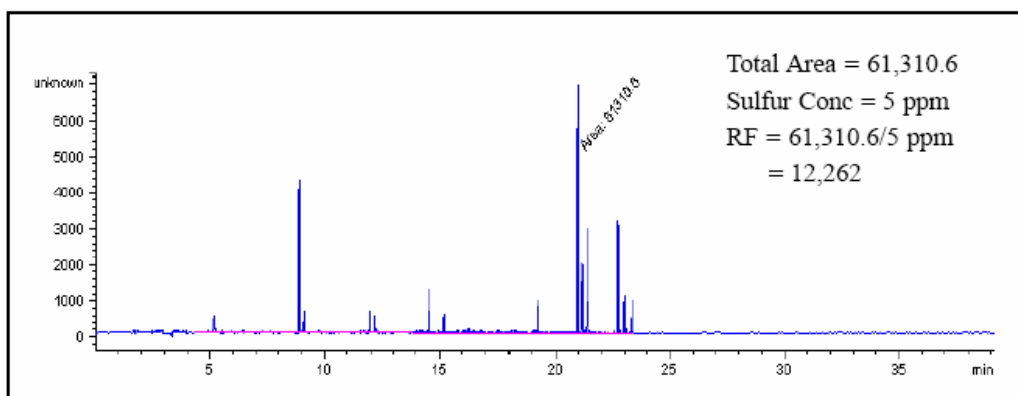


图 1 采用汽油中的 5ppm 硫标准计算得到的硫的响应因子

### 采用单物质定量总硫

1. 选择一个单独含硫的物质，其分子结构与基体中的物质相同（例如，噻吩、硫化物、硫醇等）。
2. 将这个单一的物质，制备几个不同浓度的标准，涵盖分析的范围，并按照与样品相同的条件分析它们。在平方根功能“开启”的条件下，以线性模式获取数据（见图 2）。

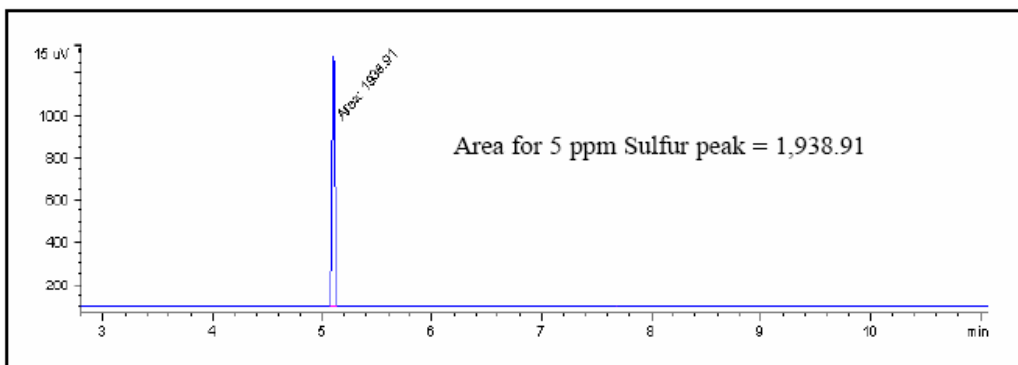


图 2 5ppm 的单独的硫峰的积分面积

3. 制备一个 PFPD 的响应（峰面积）与硫浓度关系的校准曲线点，计算这条拟合线的相关系数 ( $R^2$ ) 和方程。确认在图 3 中使用溶液中的硫浓度，而不是物质中的硫浓度。
4. 获取未知样品的数据，并检测整个色谱中的总积分峰面积。
5. 采用第三步中的线性方程计算未知样品中的总硫的浓度。

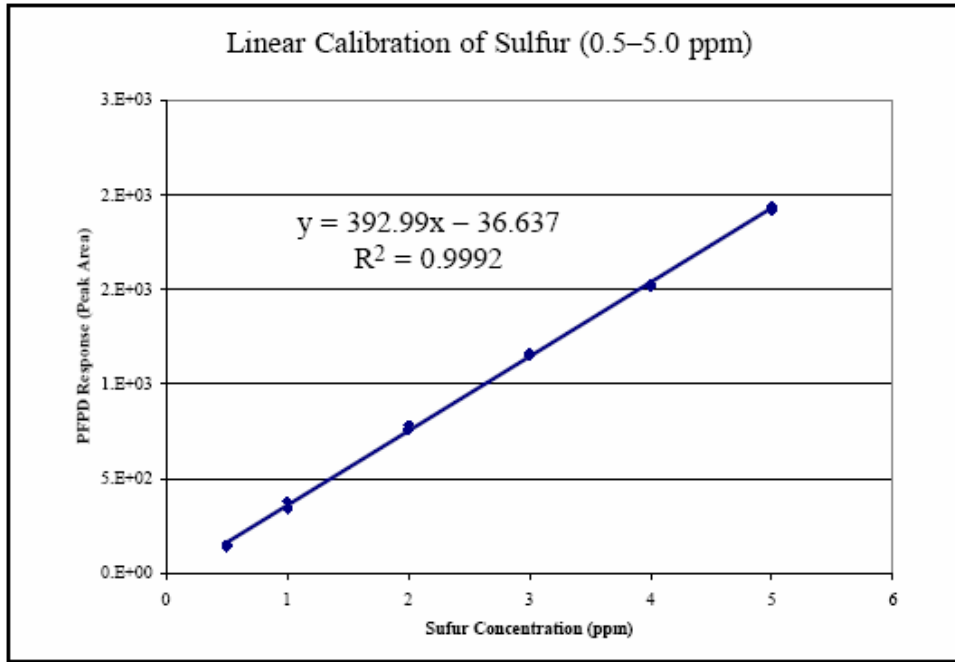


图 3 峰面积与硫浓度之间的校准曲线图形

### 特殊的硫

1. 购买或制备一个含有需要分析的硫物质的单独浓度的储备标准溶液。
2. 用这个储备溶液，制备几个不同浓度的标准，涵盖分析的范围，并按照与样品相同的条件分析它们。在平方根功能“开启”的条件下，以线性模式获取数据（见图 4）。
3. 制备每个物质的 PFPD 响应（峰面积）与硫浓度关系的校准曲线，计算这条拟合线的相关系数（ $R^2$ ）和方程。对于特定的硫物质，既可以使用溶液中的硫浓度，也可以使用物质中的硫浓度制备校准曲线。
4. 获取未知样品的数据，匹配标准中相应的保留时间，检测每个峰的积分峰面积。采用第三步中的线性方程计算每个峰的浓度。

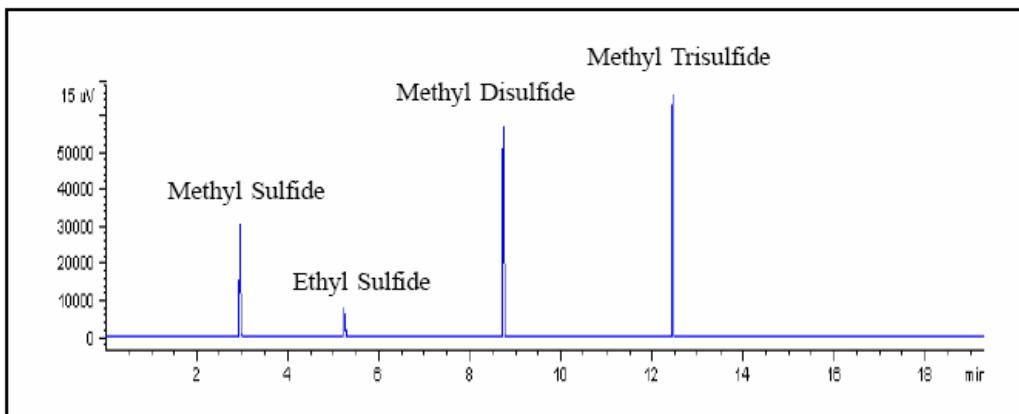


图 4 含有四种不同硫物质的硫标准的色谱图

5. 要计算一个未知峰的硫浓度，采用具有同样结构和峰宽度的物质的方程。确认校准曲线采用硫的浓度而不是物质的浓度进行建立。

### **注意**

- 要利用 PFPD 克分子数等量响应检测硫的优势，检测器必须操作在线性的“平方根开启”模式，并且所有的响应必须以峰面积测量，而不是峰高度。
- GC/PFPD 检测的总硫的浓度只是测量那些能够很容易通过并被气相色谱柱分离的有机硫物质。而采用其它技术检测得到的硫浓度，例如原子吸收、射线荧光，微库仑仪等，由于仪器本质的不同，不需要与 GC 的检测结果相比。
- 象其它火焰光度检测器一样，当硫的峰与大的（例如，>50ng）碳氢化合物峰一同被淋洗出来时，PFPD 硫的信号可能被“消除”（减小）。因此，确认在样品中的硫物质与大的基体碳氢化合物峰之间能够完成色谱的分离，是十分重要的。



P.O. Box 9010  
College Station, Texas 77842-9010  
Tel: (979) 690-1711 • FAX: (979) 690-0440 • [www.oico.com](http://www.oico.com)