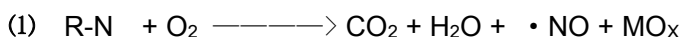


化学发光法测定针状焦中的氮含量

1、方法概述：

当样品被引入高温裂解炉后，发生氧化反应，其反应过程如（1）式所示。在超过 1000℃ 的高温下，样品被完全汽化并发生氧化裂解，反应生成物包括 CO_2 ， H_2O ， $\cdot\text{NO}$ ，以及其它氧化产物（以下用 MO_x 表示）。样品中的氮化物定量地转化为 $\cdot\text{NO}$ 。反应气由载气携带，经过干燥器脱去其中的水份，进入反应室。



由（2）式可知， $\cdot\text{NO}$ 在反应室内与来自臭氧发生器的 O_3 气体发生反应，转化为激发态的 NO_2^* 。当激发态的 NO_2^* 跃迁到基态时发射出光子，光信号由光电倍增管按特定波长检测。由于这种化学发光的强度与原样品中的总氮含量成正比，因此可通过测定化学发光的强度来测定样品中的总氮含量。



2、该方法适用标准：ASTM D5762，SH/T 0704。

3、试剂与材料

3.1 载气：氩气，纯度 $\geq 99.99\%$ ；

3.2 反应气：氧气，纯度 $\geq 99.995\%$ ；

3.3 电子天平：十万分之一；

3.4 标准样品：重油氮标准样品；

4、仪器

4.1 KC-TN-7000 氮测定仪：包含氮化学发光检测室、臭氧发生器、裂解炉、气体流量控制器。

4.2 裂解管：具有汽化段和燃烧段的石英裂解管，样品由石英舟匀速进入到汽化段，由载气携带到燃烧段与氧气反应。

4.3 舟进样系统：将称有样品的石英舟，以一定的速度先送入到石英裂解管汽化段进行汽化，再送入到石英管燃烧段高温裂解，反应完全后将石英舟退回到舟进样盒里。

4.4 计算机工作站：用于控制和显示氮测定仪的工作状态、氮发光信号大小，计算峰形面积，提供对比标准曲线计算出样品中的氮含量。对实验结果和谱图进行保存和上传。

5、实验参数：

5.1 光电倍增管高压：650V；

5.2 裂解炉温度：汽化段 850℃、燃烧段 1000℃；

5.3 气体流量：载气 50mL/min，进口氧 150mL/min，裂解氧 250mL/min；

5.3 称样量：10mg。

6、实验步骤

6.1 标准曲线：用能覆盖被测样品浓度范围的 3 种重油氮标准样品制作标准曲线。用十万分之一精密天平，准确称量标准样品约 10mg 左右于石英舟内，待仪器稳定后以一定的速度将石英舟匀速送入到石英裂解管中，测试标样的积分面积，每一种浓度的标准样品连续测试 3 针以上，用浓度值与积分面积制作标准曲线，得到标准曲线方程。

6.2 样品测试：标准曲线制作完成后，精确称量被测样品约 10mg 左右于石英舟内，待仪器稳定后以一定的速度将石英舟匀速送入到石英裂解管中，测试被测样品的积分面积，连续测试 3 针以上，重复性必须满足标准的要求，把被测样品的积分面积代入到标准曲线方程里，求得被测样品的氮含量，样品测试数据和谱图将由计算机自动保存。

7、数据与谱图

