

GC/MS 测定环丁砜贫剂中烃含量

赵惠菊

(九江石油化工总厂科研所 九江 332004)

[摘要]该分析方法可准至 ppm 级地测定环丁砜贫剂中微量烃含量,且具有良好的准确度和精密度。

关键词:GC/MS 环丁砜贫剂 烃

1 引言

我们科研所自 1996 年 9 月开始研制 150 号香烟用溶剂油,以总厂芳烃抽提的重非芳为原料油,利用总厂环丁砜贫剂作抽提剂,使香烟用溶剂油产品的芳烃含量小于 0.2% (V%)。

据调研,目前国内测定芳烃抽提的环丁砜贫剂中微量烃含量是采用样品直接蒸馏法,将 200ml 环丁砜贫剂加 100ml 蒸馏水一起蒸馏,用 100ml 量筒收集冷凝后的蒸出液,由收集到的烃的体积,可得出环丁砜贫剂中烃的体积百分含量。生产上为保证系统环丁砜的抽提效能,环丁砜贫剂中烃含量控制指标为 <0.2% (V%),而蒸馏分析方法的精确度较差。为此,我们利用气相色谱——质谱联用仪(GC/MS)^[1]来测定环丁砜贫剂中微量烃含量。

2 实验部分

2.1 主要仪器设备与试剂

日本岛津产 GC-17A 与 QP-5000 型 GC/MS 联用仪(LASS-5000 软件系统)

DB——1 石英毛细管柱,长 30m,内径 0.25mm,液膜厚 0.25 μ m。

甲苯,色谱纯。正辛烷,色谱纯。乙苯,色谱纯。间二甲苯,色谱纯。对二甲苯,色谱纯。邻二甲苯,色谱纯。丙酮,分析纯。

2.2 分析条件

色谱条件

载气:He,柱前压:100KPa,总流量:38.1ml/min,

柱流量:1.8ml/min,分流比:19:1,进样口温度:220 $^{\circ}$ C,接口温度:230 $^{\circ}$ C,进样量:0.5 μ l。程序升温:初温 35 $^{\circ}$ C,以 2 $^{\circ}$ C/min 速率升温到 47 $^{\circ}$ C,再以 40 $^{\circ}$ C/min 速率升温到 190 $^{\circ}$ C,保持 5 分钟。

1997-10-27 收

质谱条件

电离方式:EI,电子能量:70eV,检测器电压:1.10KV,溶剂切除时间:1.7min,启动时间:2.6min,扫描质量范围:35~350amu,扫描间隔:0.5sec,扫描速度:1000amu/sec。

2.3 工作曲线的建立

我们在较长的一段时间内,多次对生产现场环丁砜贫剂所含烃的性质进行分析,使用质谱对各个烃组分的结构进行定性,结合色谱标样的保留时间定性,可确定环丁砜贫剂中所含的烃组分。它们分别为甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯。图1为典型的环丁砜贫剂分析TIC图,其中正辛烷为定量分析时加入的内标。各烃组分的定量采用内标法。

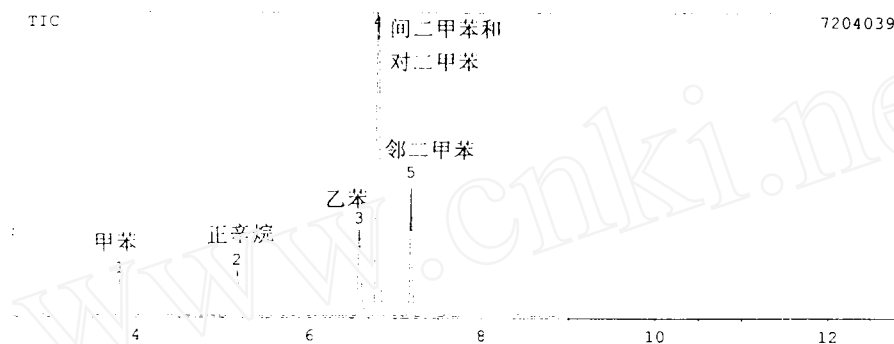


图1 典型的环丁砜贫剂分析TIC图

以分析纯丙酮为底液,配制芳烃体积浓度分别为10000、6000、2000、1000、100 μ l/l的标准溶液,其中各标样中,所加入的甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯分别均为2000、1200、400、200、20 μ l/l;在各个标样中分别加入内标正辛烷,体积浓度均为400 μ l/l。在上述分析条件下,进样分析该5个标样。

选取甲苯、正辛烷、乙苯、间二甲苯加对二甲苯、邻二甲苯的定量离子 m/z 分别为91、57、91、91、91。对各芳烃组分,以其浓度/内标浓度(C_s/C_i)为横座标,以其定量离子峰面积/内标定量离子峰面积(A_s/A_i)为纵座标,可得到各芳烃组分定量的四条工作曲线,它们分别为:

$$\text{甲苯: } A_s/A_i = 2.8794 * (C_s/C_i) \quad \gamma_2 = 0.9996$$

$$\text{乙苯: } A_s/A_i = 3.0502 * (C_s/C_i) \quad \gamma_2 = 0.9993$$

$$\text{间二甲苯加对二甲苯: } A_s/A_i = 2.4875 * (C_s/C_i) \quad \gamma_2 = 0.9986$$

$$\text{邻二甲苯: } A_s/A_i = 2.8253 * (C_s/C_i) \quad \gamma_2 = 0.9994$$

3 结果与讨论

3.1 方法的准确度和精密度

用分析纯丙酮加芳烃组分配制了2个样品,2个样品中芳烃体积浓度分别为3250、800 μ l/l,其中各样品中所加入甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯体积浓度分别均为650、160 μ l/l。在上述分析条件下,将各个样品分别测定6次,结果见表1。

表 1 方法的回收率与精密度 (n=6)

组分名称	添加值 ($\mu\text{l/l}$)	本底值 ($\mu\text{l/l}$)	实测平均值 ($\mu\text{l/l}$)	标准偏差 (σ_{n-1})	回收率范围 (%)
甲苯	650.0	0	644.9	12.6	95.9~101.2
乙苯	650.0	0	655.0	15.3	96.9~103.3
间二甲苯加对二甲苯	1300.0	0	1315.8	28.7	98.9~104.5
邻二甲苯	650.0	0	648.8	16.9	96.3~102.4
甲苯	160.0	0	158.9	3.2	97.7~101.5
乙苯	160.0	0	161.9	4.6	96.9~104.5
间二甲苯加对二甲苯	320.0	0	335.0	8.1	100.9~103.9
邻二甲苯	160.0	0	157.9	3.5	96.1~101.5

3.2 样品分析

在上述分析条件下,分析了我厂芳烃抽提的 3 个系统环丁砜贫剂,各贫剂中所加入的正辛烷内标的体积浓度均为 $400\mu\text{l/l}$,分析结果见表 2。

表 2 现场样品分析

样品名称 (年 月 日)	烃组分名称	烃组分含量 ($\mu\text{l/l}$)	烃总含量	
			GC/MS 法 ($\mu\text{l/l}$)	蒸馏法 (V%)
系统环丁砜贫剂 (96、10、22)	甲苯	8.1	280.2	无
	乙苯	29.8		
	间二甲苯加对二甲苯	133.2		
	邻二甲苯	109.1		
系统环丁砜贫剂 (96、10、26)	甲苯	3.3	200.4	无
	乙苯	22.3		
	间二甲苯加对二甲苯	81.6		
	邻二甲苯	93.2		
系统环丁砜贫剂 (97、3、24)	甲苯	636.7	8975.2	0.25
	乙苯	1310.2		
	间二甲苯加对二甲苯	5791.3		
	邻二甲苯	1237.0		

3.3 用该 GC/MS 分析方法测定环丁砜贫剂中微量烃含量,取得了令人满意的结果,其方法简便、快速、精确。

参 考 文 献

- 1 Gas Chromatograph/Mass Spectrometer Quick Guide. Ver. 2, JAPAN, Shimadzu Corporation, 1995, 118p

Determination of Micro Amount of Hydrocarbon in the Sulfolane Lean Agent by GC/MS

Zhao Haiju

(Research Institute of Jiujiang Petrochemical Complex, Jiujiang 332004)

Received 1997-10-27

Abstract

This analytical method can determine micro amount of hydrocarbon in the sulfolane lean agent to ppm degree with simple operation, which has good accuracy and precision.

Key Words: GC/MS, sulfolane lean agent, hydrocarbon