

液体石蜡产品和原料正构烷烃含量及碳数分布的测定

于永庆, 金迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省 温岭市 317500)

摘要: 将试样注入气相色谱仪, 汽化的试样在色谱柱中按照沸点高低进行分离后进入到火焰离子化检测器检测。检测的信号通过基线维持积分和谷谷积分处理后, 得到正构烷烃含量和碳数分布。

关键词: 正构烷烃;碳数分布;气相色谱仪

1 检测方法

《NB/SH/T 0889-2014 液体石蜡产品和原料正构烷烃含量及碳数分布的测定气相色谱法》

2 试剂及材料

2.1 试剂

- 1) nC8-nC22(偶数碳): 纯度大于 99.0%。
- 2) nC9: 纯度大于 99.0%。
- 3) 环己烷: 分析纯。

2.2 材料

- 1) 载气: 氢气, 纯度不低于 99.99%
- 2) 辅助气: 氢气, 纯度大于 99.99%
- 3) 辅助气: 空气: 脱水, 脱烃。

2.3 标准溶液配制

- 1) 正构烷烃标准溶液的制备: 选取 nC8-nC22 范围内偶碳数的正构烷烃, 溶于环己烷溶剂中制备成正构烷烃标准溶液, 加入的正构烷烃量近似相等, 浓度大约 3% (质量分数)。
- 2) 检验色谱柱分辨率溶液制备: 称取浓度近似相等的 nC8 和 nC9 于环己烷溶液中, 浓度大约在 3%(质量分数)左右。
- 3) 测定检测器最小响应 (S) 溶液的制备: 配制一标准溶液, 标准溶液中 nC16 的浓度为 2.0ng/uL。

3 使用仪器设备

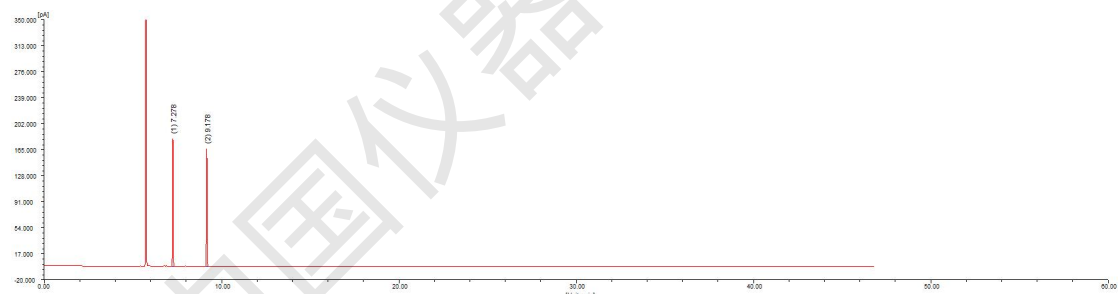
- 1) 福立 GC9720 气相色谱仪，附氢火焰检测器（FID）
- 2) FL1090B 自动进样器（选配）
- 3) HP-PONA/50m*0.2mm*0.5um 毛细柱
- 4) 一般实验室常用仪器和设备。

4 测定

4.1 色谱条件

- 1) 色谱柱：HP-PONA/50m*0.2mm*0.5um 毛细柱
- 2) 柱温：初温 100°C，保持 0.5min，以 4°C/min 升到 300°C，保持 10min。
- 3) 检测器温度：310°C
- 4) 进样口温度：320°C
- 5) 载气流量（He）：0.5mL/min
- 6) 进样量：0.2uL
- 7) 分流比：100:1

4.2 色谱柱分辨率谱图



1、nC8 2、nC9

图1 nC8 和 nC9 标准溶液（3%）色谱图

$$\text{色谱柱分辨率: } R = \frac{2(t_{R9} - t_{R8})}{1.699(w_{\frac{1}{2}C9} + w_{\frac{1}{2}C8})} = 30.638$$

4.3 检测器最小响应（S）的确定

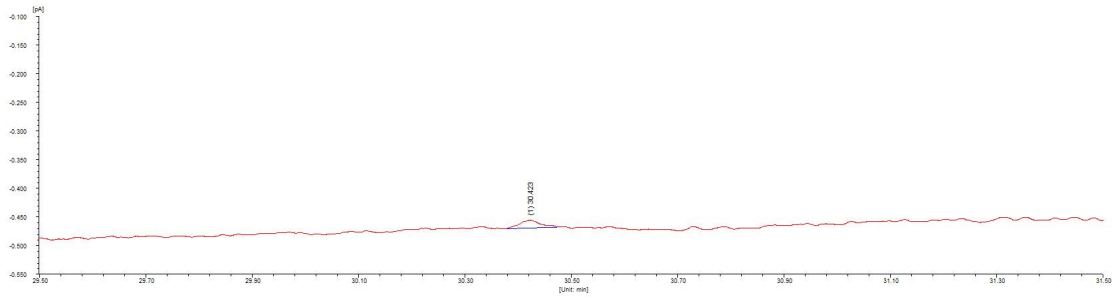
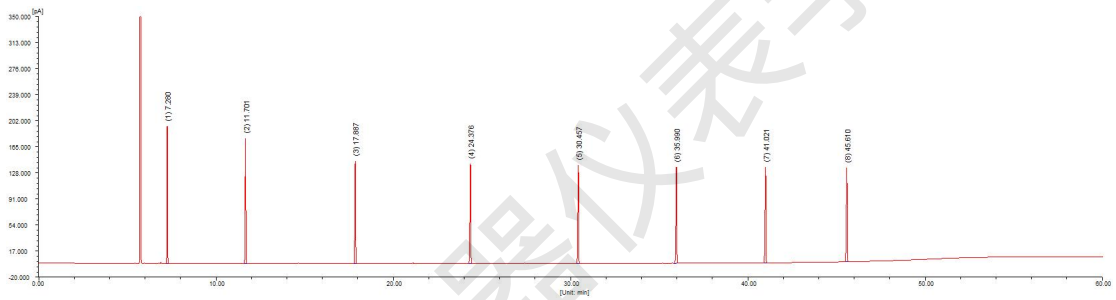


图2 nC16标准溶液(2ng/uL)放大谱图

nC16(fA*s)	37.1	33.9	41.7	45.7	28.4	40.8	42.9	38.0	41.2	47.4	34.3
平均峰面积	39.2										
S(pA*s/ng)	0.098										

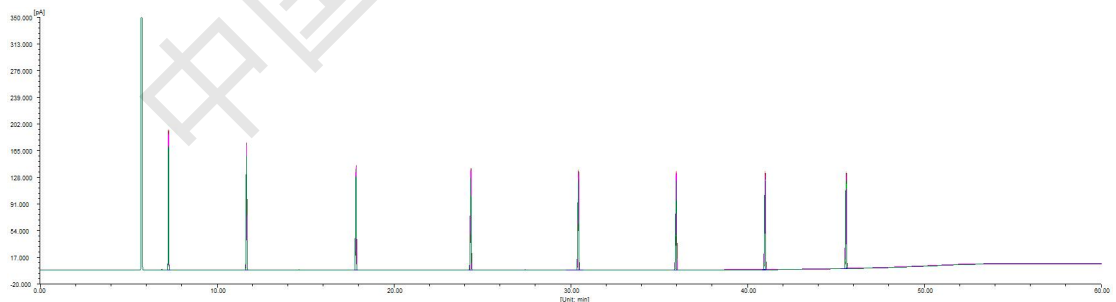
4.4 正构烷烃标准溶液典型谱图



1、nC8 2、nC10 3、nC12 4、nC14 5、nC16 6、nC18 7、nC20 8、nC22

图3 正构烷烃标准溶液(3%)

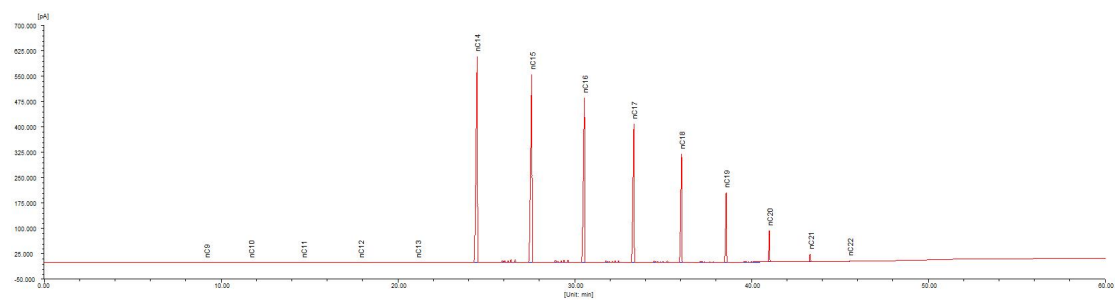
4.5 正构烷烃定性



序号	组分名	平均时间	时间RSD%	谱图数
1	nC8	7.280	0.012	5
2	nC10	11.701	0.028	5
3	nC12	17.887	0.028	5
4	nC14	24.376	0.026	5
5	nC16	30.456	0.023	5
6	nC18	35.990	0.023	5
7	nC20	41.020	0.022	5
8	nC22	45.610	0.021	5

4.6 样品

1) 样品谱图及结果



组分名	进样次数 1			进样次数 2			两次平均			两次测定结果之差[%]	重复性 r[%]
	正构 [%]	总碳 [%]	异构 [%]	正构 [%]	总碳 [%]	异构 [%]	正构 [%]	总碳 [%]	异构 [%]		
总计	95.47	99.99	4.52	95.56	99.99	4.43	95.51	99.99	4.47	0.09071	1.20
nC9	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00012	0.01
nC10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00001	0.01
nC11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00007	0.01
nC12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.01	0.00	0.01	0.00	0.00003	0.01
nC13	0.01	0.01	0.00	0.01	0.01	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00015	0.01
nC14	23.98	24.01	0.03	23.95	23.98	0.03	23.97	24.00	0.03	0.03154	0.27
nC15	21.61	22.96	1.35	21.63	22.72	1.08	21.62	22.84	1.21	0.02334	0.25
nC16	17.96	18.85	0.89	17.99	18.99	1.00	17.97	18.92	0.95	0.03105	0.22
nC17	13.93	14.77	0.84	13.93	14.78	0.85	13.93	14.78	0.85	0.00599	0.19
nC18	9.69	10.34	0.65	9.73	10.38	0.65	9.71	10.36	0.65	0.03379	0.14
nC19	5.55	6.00	0.45	5.57	6.02	0.45	5.56	6.01	0.45	0.01997	0.10
nC20	2.15	2.38	0.23	2.15	2.40	0.25	2.15	2.39	0.24	0.00673	0.05
nC21	0.50	0.57	0.07	0.50	0.59	0.09	0.50	0.58	0.08	0.00161	0.02
nC22	0.08	0.09	0.01	0.08	0.09	0.01	0.08	0.09	0.01	0.00014	0.01

注：

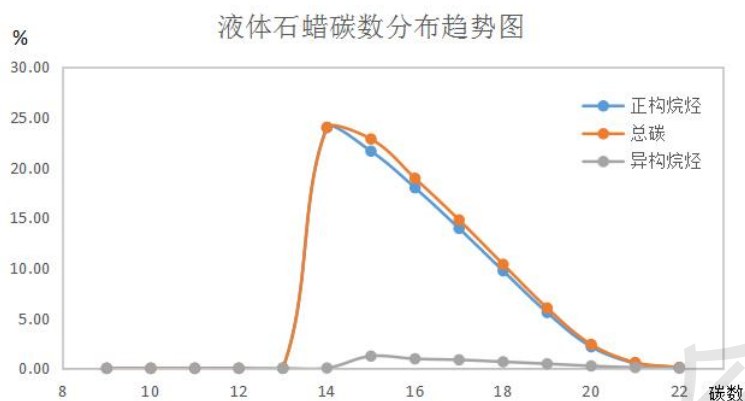
①采用谷谷积分形式积分得到每个正构烷烃色谱法的峰面积 A_i ，采用基线维持积分形式积分得到所有色谱峰总面积 A ，每个正构烷烃的质量分数 $c_i = A_i/A * 100$ 。

②采用基线维持积分形式得到每个碳数（正构与异构之和）总面积 $A_{i \text{ 总碳}}$ ，每个碳数的质量分数 $C_{i \text{ 总碳}} = A_{i \text{ 总碳}}$

/A*100。

③每个异构烷烃质量分数 $C_i \text{ 异构} = C_i \text{ 总碳} - C_i$ 。

2) 碳数分布趋势图



5 色谱配置及主要试剂耗材清单

分析项目		微量分析	
主 机 配 置		控温范围：室温加 5°C~450°C，(以 0.1°C 增量任设) 程序升温速率：0-120°C/min 程序升温 30 阶 快速降温：250~100°C ≤ 1.5 分钟 温度稳定性：±0.1°C 最高使用温度：450°C 温控精度：±0.1°C	
	GC9720		
	氢火焰离子化检测器 FID (含板)	灵敏度 ≤ 3.0 × 10 ⁻¹² g/s [正十六烷] 自动点火	1 套
	毛细进样系统	分流/不分流模式 压力控制范围：0-90psi 程序升压 8 阶 流量控制范围：0-600ml/min 程序升流 8 阶	1 套
	压力、流量传感器		
	辅助进样系统	自动进样器 (选配) FL1090 自动进样器	1 套
色谱柱	毛细色谱柱 HP-PONA (50m×0.2mm×0.5um)	1 根	
色谱	反控工作站 FL9720 色谱工作站	1 套	

工作站			
	载气	高纯钢瓶氦气+减压阀	(钢瓶气用户自 备)
			1套
气源	燃气	高纯钢瓶氢气+减压阀/氢气发生器	(钢瓶气用户自 备)
			1套
	助燃气	无油空气发生器	
			1台
净化器	气体净化器	GPI-2 气体净化器，用于净化气体	
			1套
	电脑、打印机	电脑带 232 串口端口、网线端口，操作系统详见安 装环境说明	
			1套
其他	稳压电源	电压：220V±22V（不满足条件的用户必配），功率 ≥2500W	
			1台
易耗品	备件包	免费提供安装调试所有备件、半年期易耗品	
	nC8-nC22（偶碳数）	纯度大于 99.0%	
			1套
试剂与	nC9	纯度大于 99.0%	
			1套
材料	环己烷	分析纯	
			1套
	其它	一般实验室常用设备及器材	
			若干