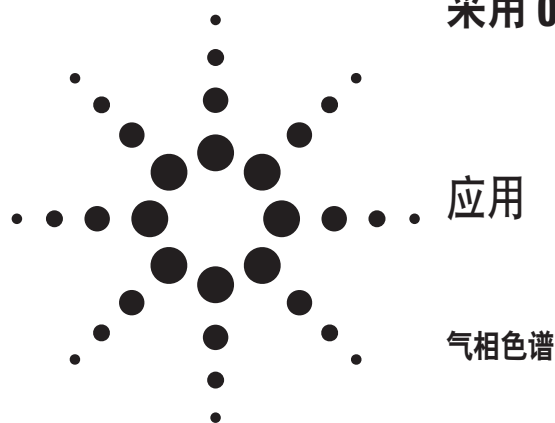


采用 0.18 mm 内径 GC 柱快速分析芳烃类溶剂



作者

邹云
安捷伦科技(上海)有限公司
上海外高桥保税区英伦路 412 号
200131
中国
管振喜
安捷伦科技公司
北京朝阳区望京北路 3 号
100102
中国

摘要

快速 GC 是改善工作效率的一个途径。通过减小毛细管色谱柱的内径，毛细管 GC 可以获得较高的柱效。结合较短的色谱柱长，高效 0.18 mm 内径 GC 柱的应用可以获得比传统的 0.25 mm 或 0.32 mm 内径色谱柱更快的分析速度，却不影响分离定量结果。本文介绍了一种简单而又快速的分析芳烃溶剂纯度的气相方法。

引言

芳烃纯度的测定是化工和石化行业许多 QA 和 QC 实验室的重要的日常工作。为了使分析规程标准化，美国测试与材料协会(ASTM)已经开发和出版了许多特定的芳烃化合物或化合物组的气相分析方法。比如，苯乙烯、邻二甲苯、对二甲苯和乙苯。表 1 列出了 10 个 ASTM 方法及其推荐的色谱柱和规格[1]。

许多 QA/QC 实验室需要运行多个独立的不同的 ASTM 方法以保证产品的质量。这样分析成本高。而且许多 ASTM 方法相当类似，所以，开发与几个独立的方法等效的单一色谱方法是很有必要的。已有文献详细介绍通用的芳烃溶剂分析方法[2, 3]。

由于许多 QC/QA 实验室每天需要分析大量的样品。故希望有更快的分析方法来提高样品分析通量从而提高工作效率，降低每个样品的分析成本。



Agilent Technologies

表 1. 10 个 GC 分析芳烃溶剂的 ASTM 方法

ASTM 方法	标题	固定相	色谱柱类型	报告指标
D2306	C8 芳烃的标准测试方法	0.25 μm Carbowax	毛细管 50 m x 0.25 mm	单个 C8 烃, wt%
D2360	单环芳烃中痕量杂质的标准测试方法	0.32 μm Carbowax	毛细管 60 m x 0.32 mm	单个芳烃的 杂质, 总杂质, 纯度, wt%
D3760	异丙苯的标准测试方法	0.25 μm Carbowax	毛细管 50 m x 0.32 mm	单个杂质, 异丙苯的纯度, (wt%)
D3797	邻二甲苯的标准测试方法	0.5 μm Carbowax	毛细管 60 m x 0.32 mm	单个杂质, wt% 邻二甲苯纯度 (wt%)
D3798	对二甲苯的标准测试方法	0.25 μm Carbowax	毛细管 50 m x 0.32 mm	单个杂质, 总杂质, wt% 对二甲苯纯度 (wt %)
D4492	苯的标准测试方法	0.25 μm Carbowax	毛细管 50 m x 0.32 mm	单个杂质 苯纯度 (wt%)
D4534	环烃产品中苯的标准测试方法	10% TCEPE on Chromasorb P	填充柱 3.7 m x 3.175 mm	苯, wt%
D5060	乙苯中杂质的标准测试方法	0.5 μm Carbowax	毛细管 60 m x 0.32 mm	单个杂质, 乙苯纯度, wt%
D5135	苯乙稀的标准测试方法	0.5 μm Carbowax	毛细管 60 m x 0.32 mm	单个杂质 苯乙稀纯度, wt%
D5917	单环芳烃中痕量杂质的标准测试方法	0.25 μm Carbowax	毛细管 60 m x 0.32 mm	单个杂质, 总非芳烃 C9 芳烃, 主成分的纯度, wt%

实验部分

高效毛细管 GC 柱

柱效常常与理论塔板数相关, 而理论塔板数则随色谱柱内径(id)的减小而线性增加。比如, 0.18 mm 内径的色谱柱一般具有每米 5800 到 6600 的理论塔板数, 而 0.25 到 0.32 mm 内径的色谱柱一般具有每米 3600 到 4600 的理论塔板数。由于 0.18 mm 内径色谱柱的柱效更高, 从而可获得更好的信噪比。减小内径可使每米柱效增加, 故可在适当减小色谱柱的长度的同时, 保持分离度不变。所以, 使用 0.18 mm 内径的色谱柱 (也称高效 GC 柱) 有助于气相色谱工作者显著缩短他们的样品分析时间。

使用内径更小的色谱柱, 比如 0.1 mm 内径, 确实也可获得每米更高的柱效。但是, 使用这样的色谱柱进行常规分析往往对仪器有更高的要求。它需要更高的

进样口压力、更好的分流控制和更快的柱箱升温速率。相反, 0.18 mm 内径的色谱柱可很方便地与现有 GC 仪器兼容, 而不必对仪器进行改装。内径更小, 柱长更短, 实现分析所需的载气量更少, 这样就减少了载气的消耗。所以, 高效 0.18 mm 内径色谱柱能够在不损失分离度的情况下, 提供更简单而低成本的加速 GC 分析的途径。

当使用较小内径的色谱柱时, 一个值得注意的问题是样品容量较小。对于某些特殊的样品, 需要在速度、灵敏度和分离度之间寻找平衡点来实现实验室的分析目标。然而, 对于大部分化工、石化、食品或香精/香料行业的应用来说, 使用高效 GC 柱能够显著缩短分析时间, 因而获得更高的样品分析通量。

本文的目的是深入阐述使用高效 0.18 mm 内径色谱柱来实现通用芳烃溶剂的更快速分析。

结果与讨论

本实验使用一台 Agilent 6890N 系列气相色谱仪和两台 Agilent 7890 气相色谱仪。每台 GC 都配备了一个分流/不分流毛细管进样口, 一个火焰离子化检测器 (FID) 和一台 Agilent 7683 自动液体进样器 (ALS)。分流/不分流进样口安装了长寿命隔垫 (安捷伦部件号 5183-4761) 和分流优化的衬管 (安捷伦部件号 5183-4647) 和 10 μL 注射器 (安捷伦部件号 5181-3354)。用安捷伦化学工作站进行所有的仪器控制、数据采集和数据处理。

配制 27 种化合物的 50 mL 正己烷溶液, 浓度为 0.1 wt%; 其中所有的芳烃溶剂和杂质都是 10 个 ASTM 方法指定的分析对象。

表 2 列出了方法 1 的实验条件, 其中通用的芳烃溶剂分析采用传统的 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.5 μm HP-INNOWax 色谱柱 (安捷伦部件号 19091N-213) 进行了分析, 图 1 所示为 GC 色谱图。

表 2. 采用传统色谱柱的通用芳烃溶剂分析方法条件 (方法 1)

色谱柱	HP-INNOWax, 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.50 μm
载气	氦气压力 20.00 psi 恒压模式
进样口	分流/不分流 温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 分流比 100:1
柱箱温度	75 $^{\circ}\text{C}$ (10 min); 以 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 100 $^{\circ}\text{C}$ (0 min), 再以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 145 $^{\circ}\text{C}$ (0 min)
检测器	FID 温度 250 $^{\circ}\text{C}$
数据采集速率	20 Hz
进样量	1 μL

然后用高效 20 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.18 μm HP-INNOWax 色谱柱 (安捷伦部件号 19091N-577) 重复了这一实验 (方法 2)。采用安捷伦 GC 方法转换软件 (<http://www.chem.agilent.com/cag/servsup/usersoft/files/GCTS.htm>) 将方法 1 转换为方法 2。对于新的色谱柱规格尝试了三种转换模式, 即“仅方法

转换”、“最佳柱效”和“快速分析”, 然而, 所有三种转换的方法均发现十二烷和邻二甲苯共流出。故需要根据 ASTM 方法对柱温程序进行一些修改, 以实现与方法 1 类似的分离度。所得实验条件列于表 3, 色谱图见图 2。

表 3. 在高效色谱柱上分离芳烃溶剂的条件 (方法 2)

色谱柱	HP-INNOWax, 20 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.18 μm
载气	氦气压力 25.00 psi 恒压模式
进样口	分流/不分流 温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 分流比 100:1
柱箱温度	50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min); 以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 90 $^{\circ}\text{C}$ (0 min); 再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 145 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)
检测器	FID 温度 250 $^{\circ}\text{C}$
数据采集速率	50 Hz
进样量	0.2 μL

为了实现更快的分离, 同时平衡速度和分离度, 采用安捷伦的 GC 方法转换软件, 选择“快速分析”模式并使用相同的高效 GC 色谱柱, 将方法 1 转换到方法 3, 但是, 如前所述, 采用转换得到的方法不能实现十二烷和邻二甲苯的基线分离。根据 ASTM 方法要求, 对转换得到的方法条件进行了微小的改进: 初始温度从 75 $^{\circ}\text{C}$ 调到 70 $^{\circ}\text{C}$ 、初始保持时间从 2 min 调节到 3 min。这样就实现了十二烷和邻二甲苯的基线分离 ($R_s = 2.78$)。详细实验条件列于表 4, 图 3 为 GC 色谱图。

表 4. 快速芳烃溶剂分析条件 (方法 3)

色谱柱	HP-INNOWax, 20 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.18 μm
载气	氦气压力 33.00 psi 恒压模式
进样口	分流/不分流 温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 分流比 100:1 到 600:1
柱箱温度	70 $^{\circ}\text{C}$ (3 min); 以 45 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 145 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)
检测器	FID 温度 250 $^{\circ}\text{C}$
数据采集速率	50 Hz
进样量	0.2 到 1.0 μL

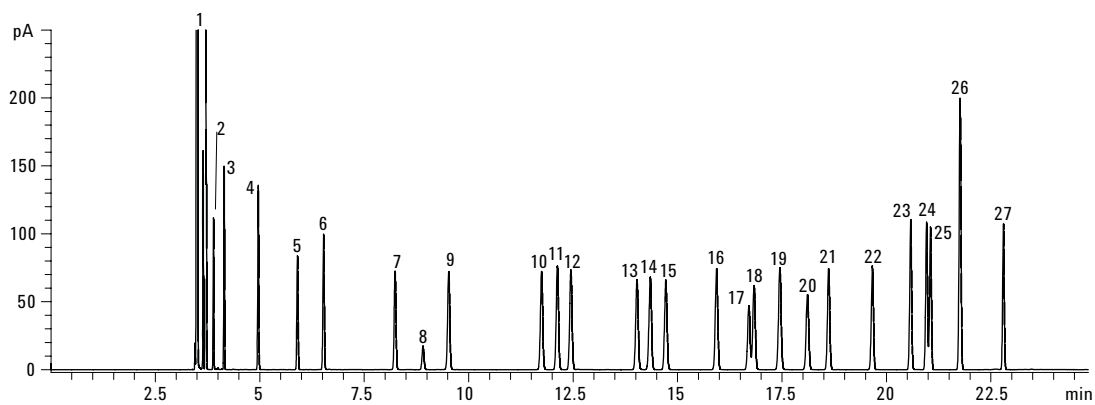


图 1. 采用 60 m x 0.32 mm x 0.5 μ m HP-INNOWax 色谱柱的通用芳烃溶剂分析方法

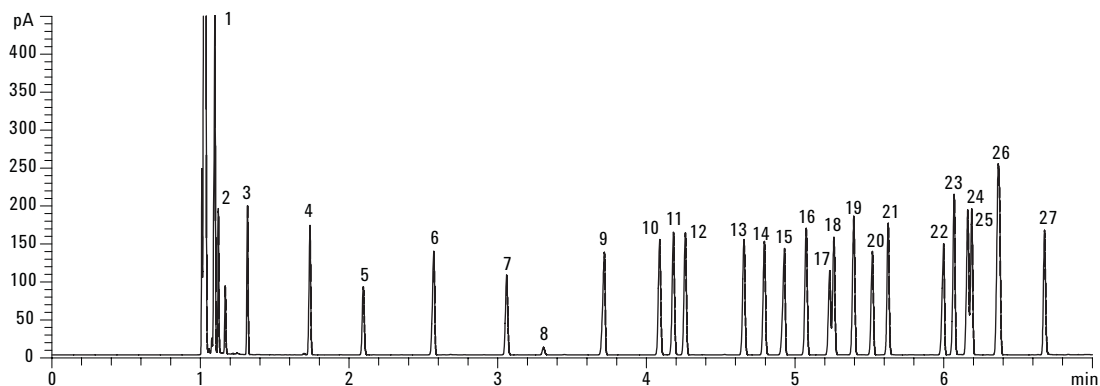


图 2. 采用 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m HP-INNOWax 色谱柱分离相同芳烃溶剂的结果

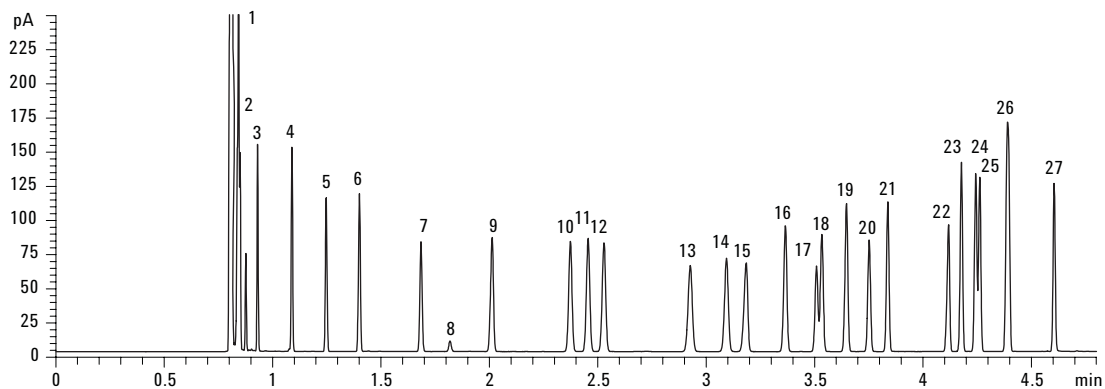


图 3. 采用 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m HP-INNOWax 色谱柱优化的通用芳烃溶剂分析方法

1 庚烷	8 1,4-二氧六环	15 邻二甲苯	22 十三烷
2 环己烷	9 十一烷	16 丙苯	23 1,3-二乙苯
3 辛烷	10 乙苯	17 对乙基甲苯	24 1,2-二乙苯
4 壬烷	11 对二甲苯	18 间乙基甲苯	25 正丁苯
5 苯	12 间二甲苯	19 特丁基苯	26 α -甲基苯乙烯
6 癸烷	13 异丙苯	20 s-丁苯	27 苯基乙炔
7 甲苯	14 十二烷	21 苯乙稀	

图 1, 2 和 3 分别为方法 1、方法 2 和方法 3 得到的含有芳烃溶剂和杂质的己烷溶液的色谱图。如三张色谱图所示, 除了两对化合物只获得了部分分离以外, 大部分感兴趣的化合物均获得了基线分离。第一对是

对乙基甲苯和间乙基甲苯, 在原来 ASTM 方法中也没有分开(D-5060, 乙苯中的杂质), 是与邻乙基甲苯一起作为总乙基甲苯报告的; 第二对是二乙苯和正丁苯, 只有部分分离。不过, 因为在同一样品中这二者

如图 5 所示, 使用 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.5 μ m HP-INNOWax 色谱柱, 在氮气作载气时, 运行时间约为 60 min, 而用氦气作载气时为 23 min。

iGC Method Translation																																				
Criterion: ☒ Translate Only ☐ Best Efficiency ☐ Fast Analysis ☐ None		Speed gain: 0.43501																																		
		Original Method	Translated Method																																	
Column Length, m Internal Diameter, μm Film Thickness, μm Phase Ratio		60 320 0.500 160.0	☐ 60 ☐ 320 ☒ Unlock ☒ 0.500 ☒ 160.0																																	
Carrier Gas Enter one Setpoint Head Pressure, psi Flow Rate, mL/n/min Outlet Velocity, cm/sec Average Velocity, cm/sec Hold-up Time, min Outlet Pressure (absolute), psi Ambient Pressure (absolute), psi		Helium 20 2.2911 55.79 31.48 3.17677 14.696 14.696	☐ Nitrogen 7.518 0.7160 17.43 13.69 7.30269 ☐ 14.696 ☐ 14.696																																	
Oven Temperature 3-ramp Program Initial Ramp 1 Ramp 2 Ramp 3		<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp Rate</th> <th>Final Temp.</th> <th>Final Time</th> </tr> <tr> <th>$^{\circ}\text{C}/\text{min}$</th> <th>$^{\circ}\text{C}$</th> <th>min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>75</td> <td>100</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>145</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>0</td> <td>0</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>	Ramp Rate	Final Temp.	Final Time	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$^{\circ}\text{C}$	min	75	100	0	10	145	0	0	0	0	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp Rate</th> <th>Final Temp.</th> <th>Final Time</th> </tr> <tr> <th>$^{\circ}\text{C}/\text{min}$</th> <th>$^{\circ}\text{C}$</th> <th>min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>75</td> <td>22.988</td> <td>0.000</td> </tr> <tr> <td>1.305</td> <td>100</td> <td>0.000</td> </tr> <tr> <td>4.350</td> <td>145</td> <td>0.000</td> </tr> <tr> <td>0.000</td> <td>0</td> <td>0.000</td> </tr> </tbody> </table>	Ramp Rate	Final Temp.	Final Time	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$^{\circ}\text{C}$	min	75	22.988	0.000	1.305	100	0.000	4.350	145	0.000	0.000	0	0.000
Ramp Rate	Final Temp.	Final Time																																		
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$^{\circ}\text{C}$	min																																		
75	100	0																																		
10	145	0																																		
0	0	0																																		
Ramp Rate	Final Temp.	Final Time																																		
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$^{\circ}\text{C}$	min																																		
75	22.988	0.000																																		
1.305	100	0.000																																		
4.350	145	0.000																																		
0.000	0	0.000																																		
Sample Information None																																				

图 4. 氮气作载气时方法转换软件的输入界面

表 6. 通用的芳烃溶剂分析方法使用氮气载气时的实验条件(方法 4)

色谱柱	HP-INNOWax, 60 m x 0.32 mm x 0.50 μm
载气氮气	压力 7.60 psi 恒压模式
进样口	分流/不分流 温度 250 °C 分流比 100:1
柱箱温度	75 °C (23 min); 以 1.3 °C/min 升温至 100 °C (0 min), 再以 4.4 °C/min 升温至 145 °C (0 min)
检测器	FID 温度 250 °C
数据采集速率	20 Hz
进样量	0.2 μL

检测器	FID 温度 250 °C
数据采集速率	20 Hz
进样量	0.2 μL

检测器	FID 温度 250 °C
数据采集速率	20 Hz
进样量	0.2 μL

检测器	FID 温度 250 °C
数据采集速率	20 Hz
进样量	0.2 μL

检测器	FID 温度 250 °C
数据采集速率	20 Hz
进样量	0.2 μL

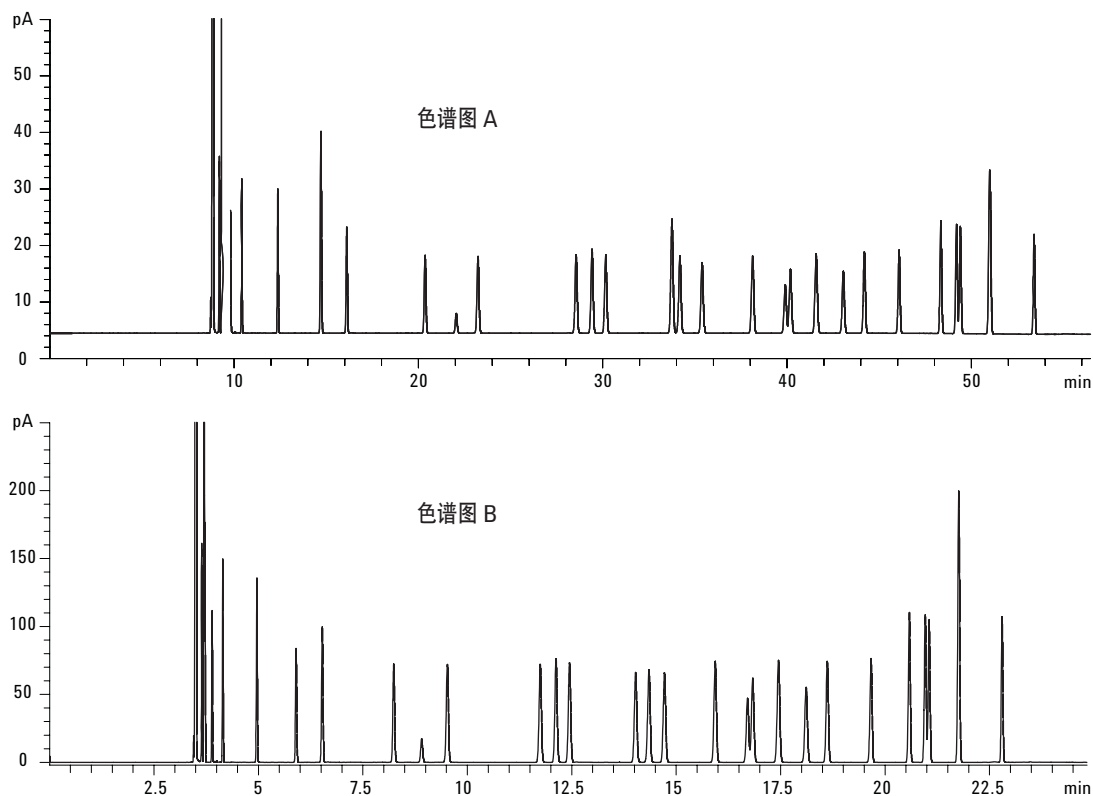


图 5. 使用氮气和氦气作载气时, 通用的芳烃溶剂分析结果对照色谱柱为 60 m x 0.32 mm x 0.5 μ m HP-INNOWax。
5a. 氮气载气 (方法 4)。5b. 氦气载气(方法 1)

氦气与氮气载气的比较

使用同一色谱柱, 将载气氮气换为氦气可以实现更快的分析。使用方法转换软件将方法 3 转换为方法 5,

(见图 6); 详细实验条件列于表 7。如图 7 所示, 将载气从氮气换为氦气后, 在保持所有峰分离良好的同时, 运行时间从 5 min 缩短到了 3 min。

GC Method Translation															
Criterion: ☒ Translate Only ☐ Best Efficiency ☐ Fast Analysis ☐ None Speed gain: 1.54952															
Column Length, m: 20 Internal Diameter, μ m: 180 Film Thickness, μ m: 0.18 Phase Ratio: 250.0		Original Method 20 180 0.18 250.0													
Carrier Gas Enter one Setpoint Head Pressure, psi: 33 Flow Rate, mL/min: 1.4763 Outlet Velocity, cm/sec: 111.73 Average Velocity, cm/sec: 48.15 Hold-up Time, min: 0.692343 Outlet Pressure (absolute), psi: 14.696 Ambient Pressure (absolute), psi: 14.696		Translated Method Helium 22.403 1.8454 139.67 74.60 0.446811 14.696 14.696													
Oven Temperature 3-ramp Program Initial: 70 Ramp 1: 45 Ramp 2: 145.00 Ramp 3: 0.5		<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp Rate</th> <th>Final Temp.</th> <th>Final Time</th> </tr> <tr> <th>°C/min</th> <th>°C</th> <th>min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>70</td> <td>70</td> <td>3</td> </tr> <tr> <td>45</td> <td>145.00</td> <td>0.5</td> </tr> </tbody> </table>		Ramp Rate	Final Temp.	Final Time	°C/min	°C	min	70	70	3	45	145.00	0.5
Ramp Rate	Final Temp.	Final Time													
°C/min	°C	min													
70	70	3													
45	145.00	0.5													
Sample Information None		<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp Rate</th> <th>Final Temp.</th> <th>Final Time</th> </tr> <tr> <th>°C/min</th> <th>°C</th> <th>min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>69.728</td> <td>70</td> <td>1.936</td> </tr> <tr> <td></td> <td>145.00</td> <td>0.323</td> </tr> </tbody> </table>		Ramp Rate	Final Temp.	Final Time	°C/min	°C	min	69.728	70	1.936		145.00	0.323
Ramp Rate	Final Temp.	Final Time													
°C/min	°C	min													
69.728	70	1.936													
	145.00	0.323													

图 6. 氦气作载气时方法转换软件的输入界面

表 7. 使用氦气载气时通用的芳烃溶剂分析方法的实验条件(方法 5)

色谱柱	HP-INNOWax, 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m
载气氦气	压力 22.00 psi 恒压模式
进样口	分流/不分流 温度 250 °C 分流比 100:1
柱箱温度	70 °C (2 min); 以 70 °C/min 升温至 145 °C (0.5 min)
检测器	FID 温度 250 °C
数据采集速率	50 Hz
进样量	0.2 μ L

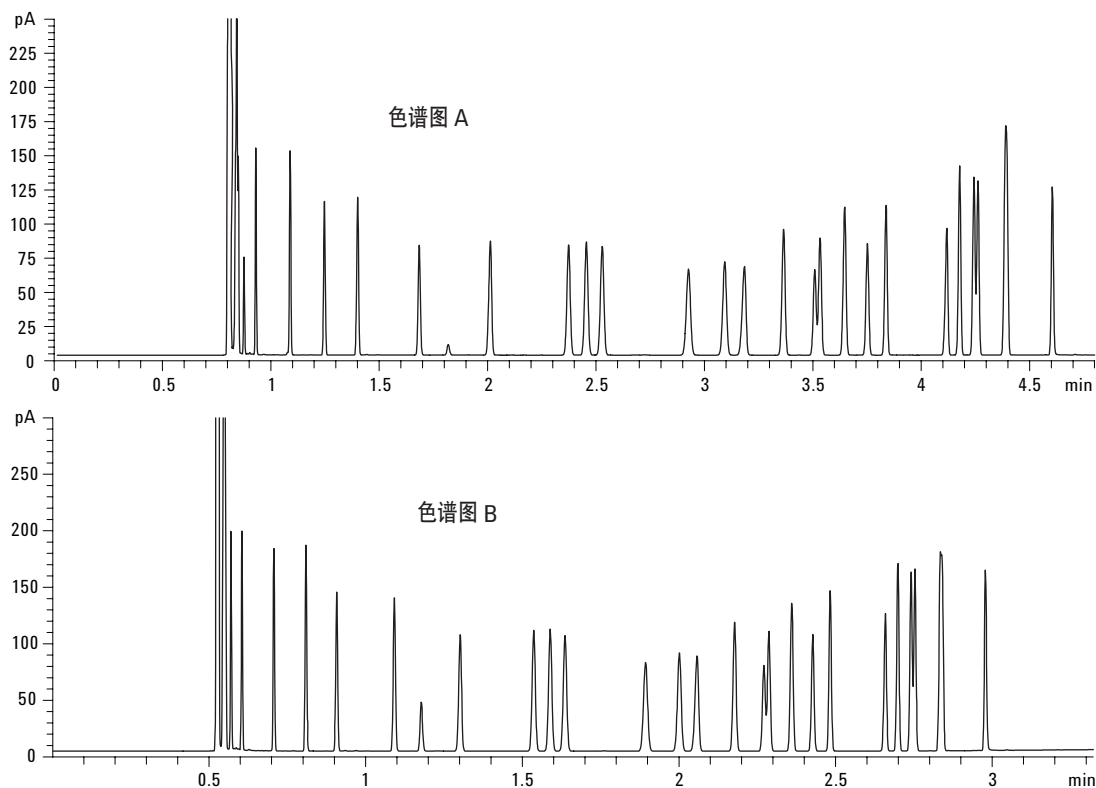


图 7. 采用 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m HP-INNOWax 色谱柱，通用的芳烃溶剂分析方法使用氦气载气和氢气载气的比较。
7a. 氦气载气(方法 5)； 7b. 氢气载气(方法 3)。

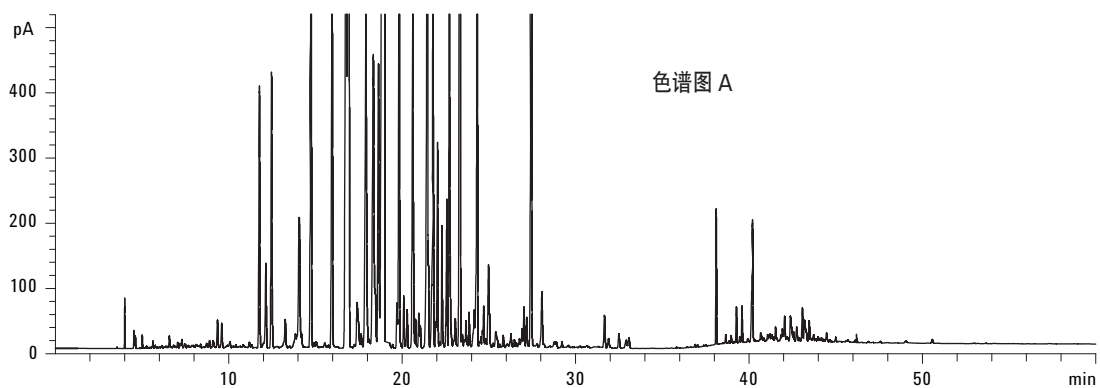
复杂基质样品

为了验证使用高效 GC 柱的快速 GC 应用的实用性，使用与分析标准样品相同的实验条件(方法 1、2 和 3)对一个大型综合石化企业提供的实际芳烃溶剂进行了分析，色谱图见图 8a、8b 和 8c。在图 8d 和 8e 中还详细比较了色谱图的中间部分。

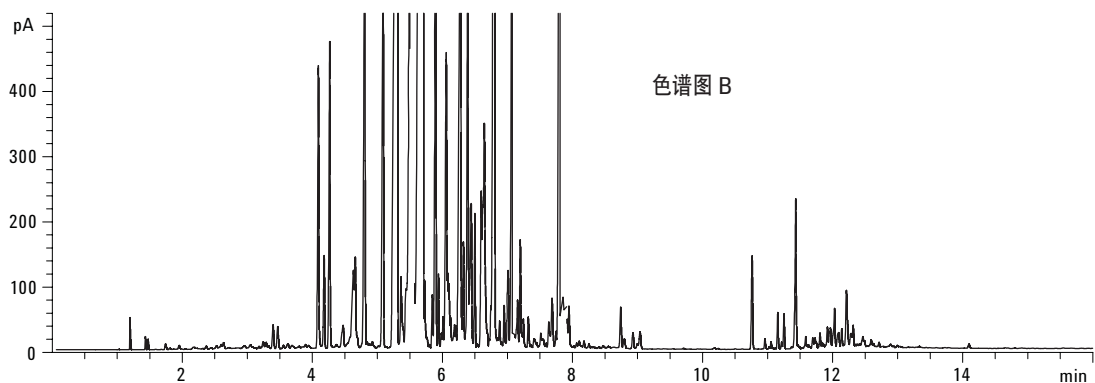
虽然方法 2 的分析时间比方法 3 稍长一些，但是方法 2 所得总的分离度却稍好一些(见图 8e 和 8f)。另一方

面，三种方法都可以很好地分离所有关键的化合物，包括 苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、丙苯和 α -甲基苯乙烯。

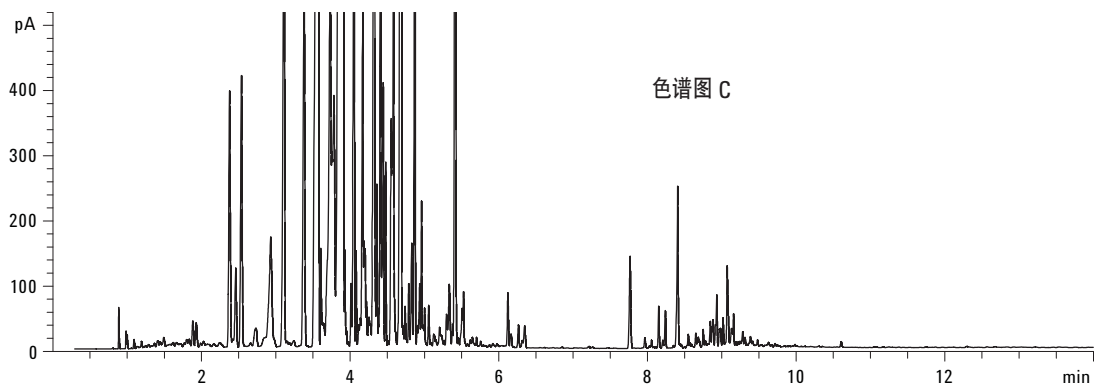
对于复杂基质的样品，必须依据实验室的目标在分析速度和分离度之间选择一个平衡点。在此例中，实验结果证明了 0.18 mm 内径高效 GC 柱能够很好地分离复杂基质样品，用氦气作载气时，与 0.32 mm 内径色谱柱相比，分析速度提高了 3 倍以上。



色谱柱 HP-INNOWax, 60 m x 0.32 mm x 0.50 μ m
 载气 氮气压力 20.00 psi 恒压模式
 进样口 分流/不分流 温度 250 °C; 分流比 50:1
 柱箱温度 75 °C (10 min); 以 3 °C/min 升温至 100 °C (0 min);
 再以 10 °C/min 升温至 145 °C (12.17 min),
 再以 25 °C/min 升温至 220 °C (22 min)
 检测器 FID 温度 250 °C
 进样量 0.2 μ L



色谱柱 HP-INNOWax, 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m
 载气 氮气
 进样口 分流/不分流 温度 250 °C; 分流比 150:1
 柱箱温度 50 °C (2 min); 以 15 °C/min 升温至 90 °C (0 min);
 再以 20 °C/min 升温至 145 °C (3 min),
 再以 80 °C/min 升温至 220 °C (8 min)
 检测器 FID 温度 250 °C
 进样量 0.2 μ L



色谱柱 HP-INNOWax, 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m
 载气 氮气压力 33.00 psi 恒压模式
 进样口 分流/不分流 温度 250 °C; 分流比 150:1
 柱箱温度 70 °C (3 min); 以 45 °C/min 升温至 145 °C (3 min),
 再以 80 °C/min 升温至 220 °C (8 min)
 检测器 FID 温度 250 °C
 进样量 0.2 μ L

图 8. 实际芳烃溶剂样品分离结果比较 (a)和(d) 方法 1 ; (b)和(e) 方法 2 ; (c)和(f) 方法 3

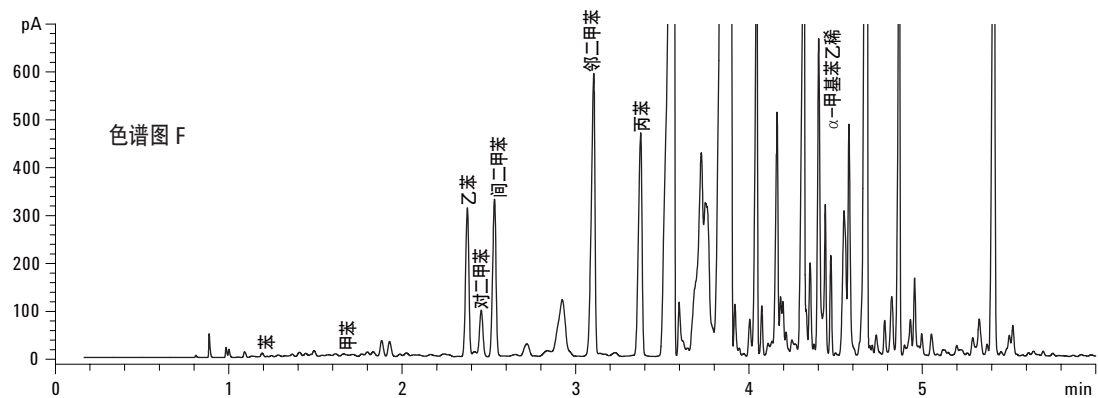
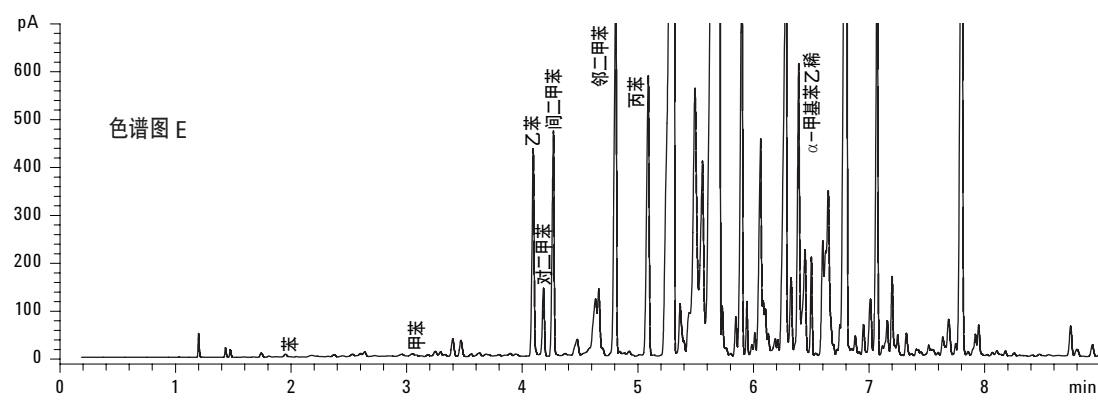
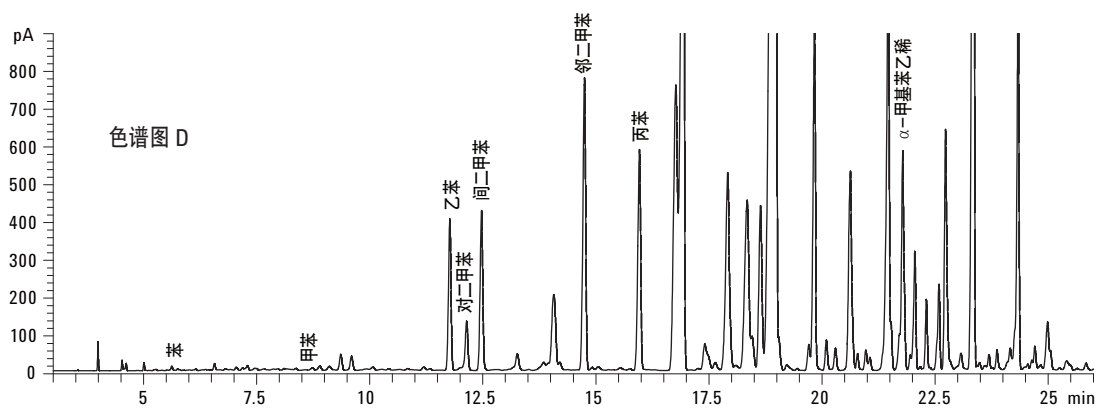


图 8. 实际芳烃溶剂样品分离结果比较 (a)和(d) 方法 1；(b)和(e) 方法 2；(c)和(f) 方法 3（续）

单个 ASTM 标准方法的评价

为了验证高效 GC 柱对于单个 ASTM 标准方法的实用性，分别用方法 1 和方法 3 在 7890 气相色谱仪上进行了实验。所有标样的配制均按照 ASTM 方法进行。

D2306 - C8 芳烃的标准测试方法

ASTM D2306 校准标准混合物的浓度较高。所以，高效 0.18 mm 内径色谱柱面临样品容量的挑战。解决办法是降低进样量和加大分流比。在本实验中，进样量是 0.2 μ L，分流比为 600:1。如图 9 所示，高效 GC 柱的运行时间比传统色谱柱缩短了约 4.5 倍。尽管校准标样的浓度高，但分离度还是令人满意的(见表 8)。

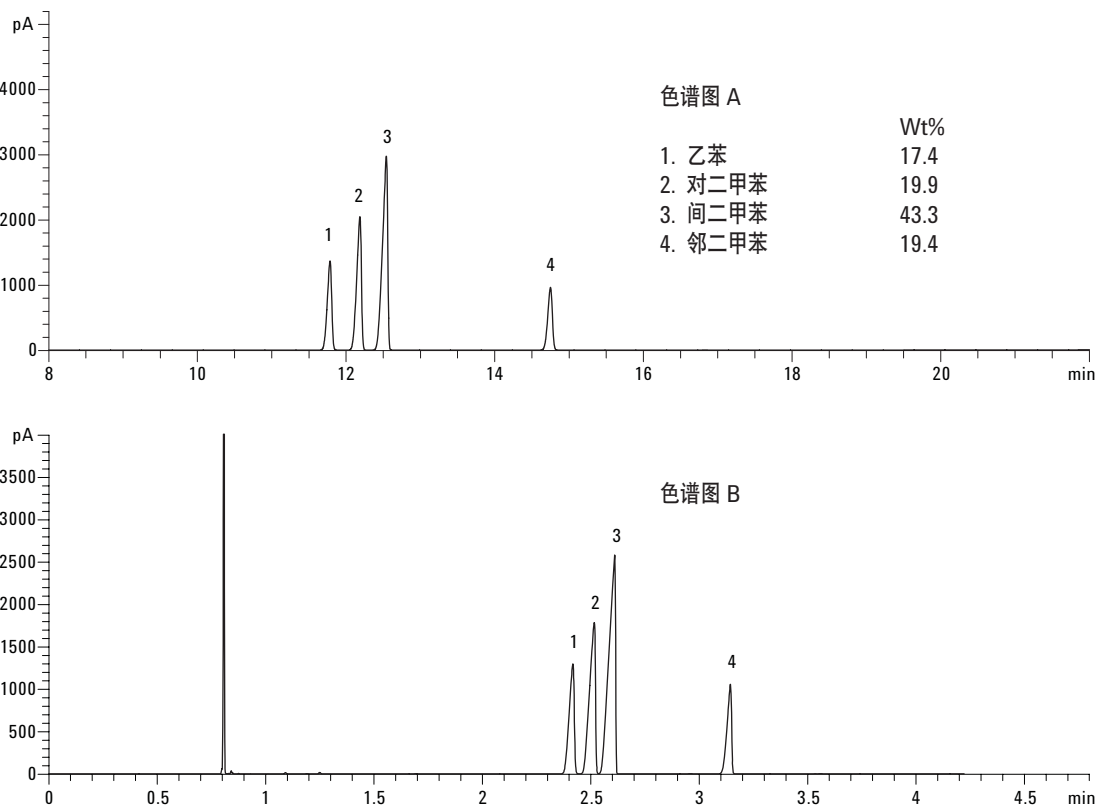


图 9. ASTM D2306 C8 芳烃定量校准标样分析结果 (a) 标准色谱柱(方法 1)；(b) 高效 GC 柱(方法 3)

表 8. 不同实验条件下分离度的比较

化合物	乙苯/对二甲苯	对二甲苯/间二甲苯	间二甲苯/邻二甲苯
方法 1	3.52	2.86	18.11
方法 3	2.10	1.73	11.20

D2360 - 单环芳烃中痕量杂质的标准测试方法

D2360 方法指定的标准校准混合物是用对二甲苯作为溶剂制备。进样量为 0.2 μL ，分流比为 200:1。

在所关注的化合物不损失分离度的同时，样品分析时间从 21.05 min (方法 1) 缩短到了 4.28 min (方法 3) (图 10)。

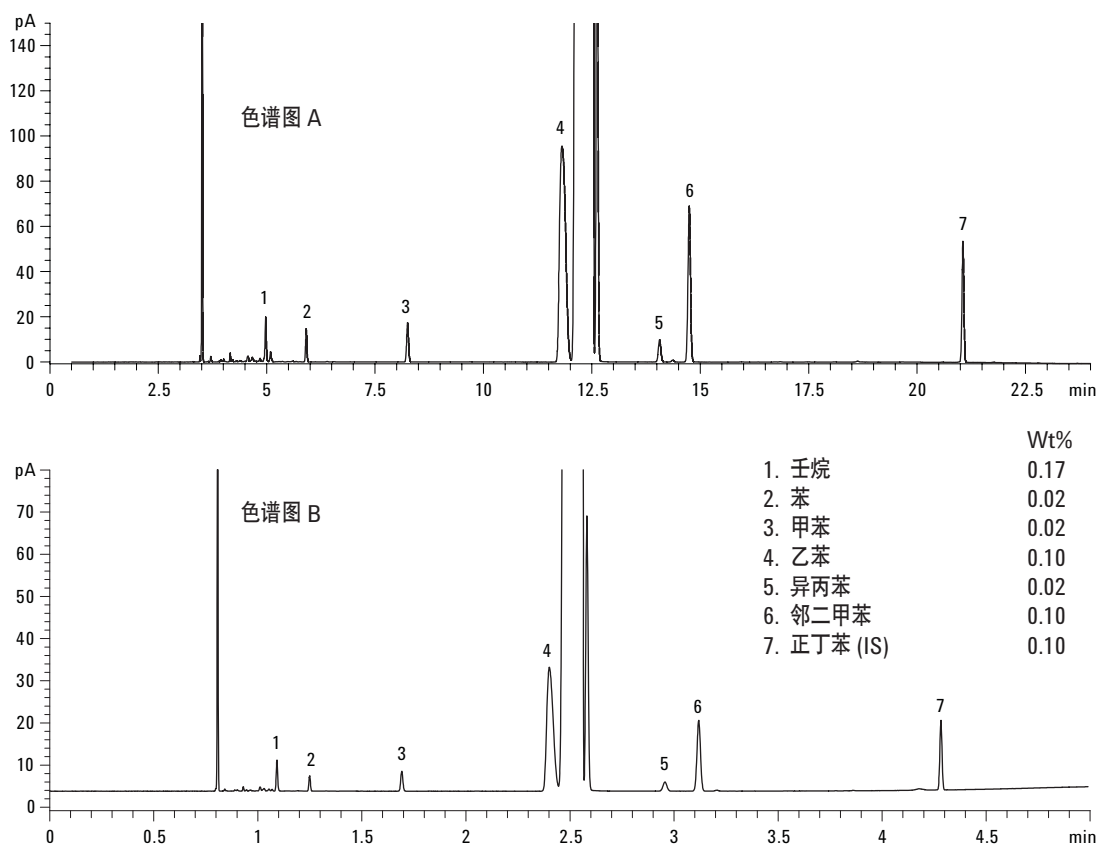
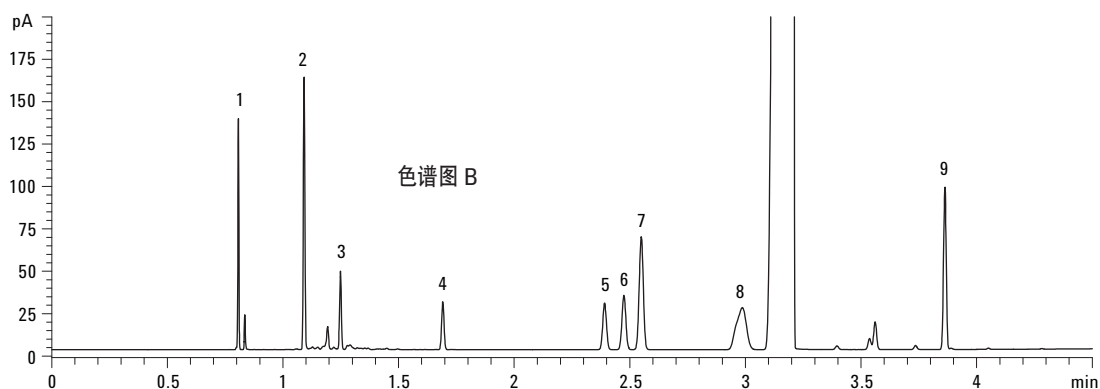
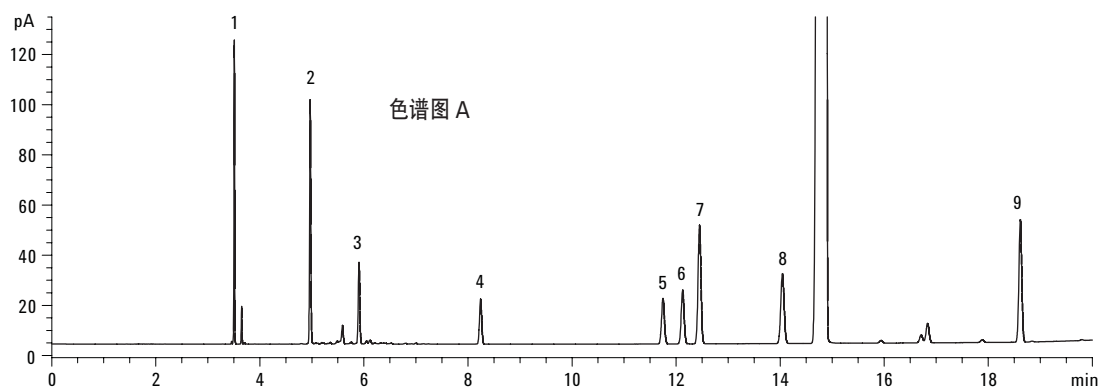


图 10. ASTM D2360 单环芳烃定量校准标样在(a) 标准色谱柱(方法 1)和(b) 高效 GC 柱(方法 3)上的分析结果

D3797 - 邻二甲苯的标准测试方法

图 11 所示为 D3797 校准标样的色谱图。进样量为 0.2 μL ，分流比为 100:1。

异丙苯峰的展宽是由于受邻二甲苯峰超载的反溶剂效应所影响。在原来的 ASTM 方法 D3797[4]中也可观察到这一点。比较图 11 中的色谱图可见，高效 0.18 mm 内径 GC 柱可以在不损失分离度的情况下很好地分离 D3797 校准标样。



	Wt%		Wt%
1. 异辛烷(内标)	0.05	6. 对二甲苯	0.21
2. 壬烷	0.21	7. 间二甲苯	0.42
3. 苯	0.20	8. 异丙苯	0.31
4. 甲苯	0.21	9. 苯乙烯	0.12
5. 乙苯	0.21		

图 11. 在标准色谱柱(a) (方法 1) 和高效 GC 柱(b)上(方法 3) 分析邻二甲苯标样的结果

D3798 - 对二甲苯分析的标准测试方法

这一测试方法涵盖了用 GC 法分析对二甲苯中的已知烃类杂质和对二甲苯的纯度测定。一般用来分析不低于 99% 的对二甲苯的纯度。

图 12 所示为 D3798 校准标样的色谱图。进样量为 0.2 μL ，分流比为 100:1。ASTM 方法 D3798 指出，从高含量的对二甲苯化合物中分离乙苯杂质和间二甲苯杂质的分离要求是，杂质峰的峰谷点应小于该峰峰高的 50%。采用重复性优异(图 14)的高效 GC 柱使关键化合物得到良好分离(图 13)。

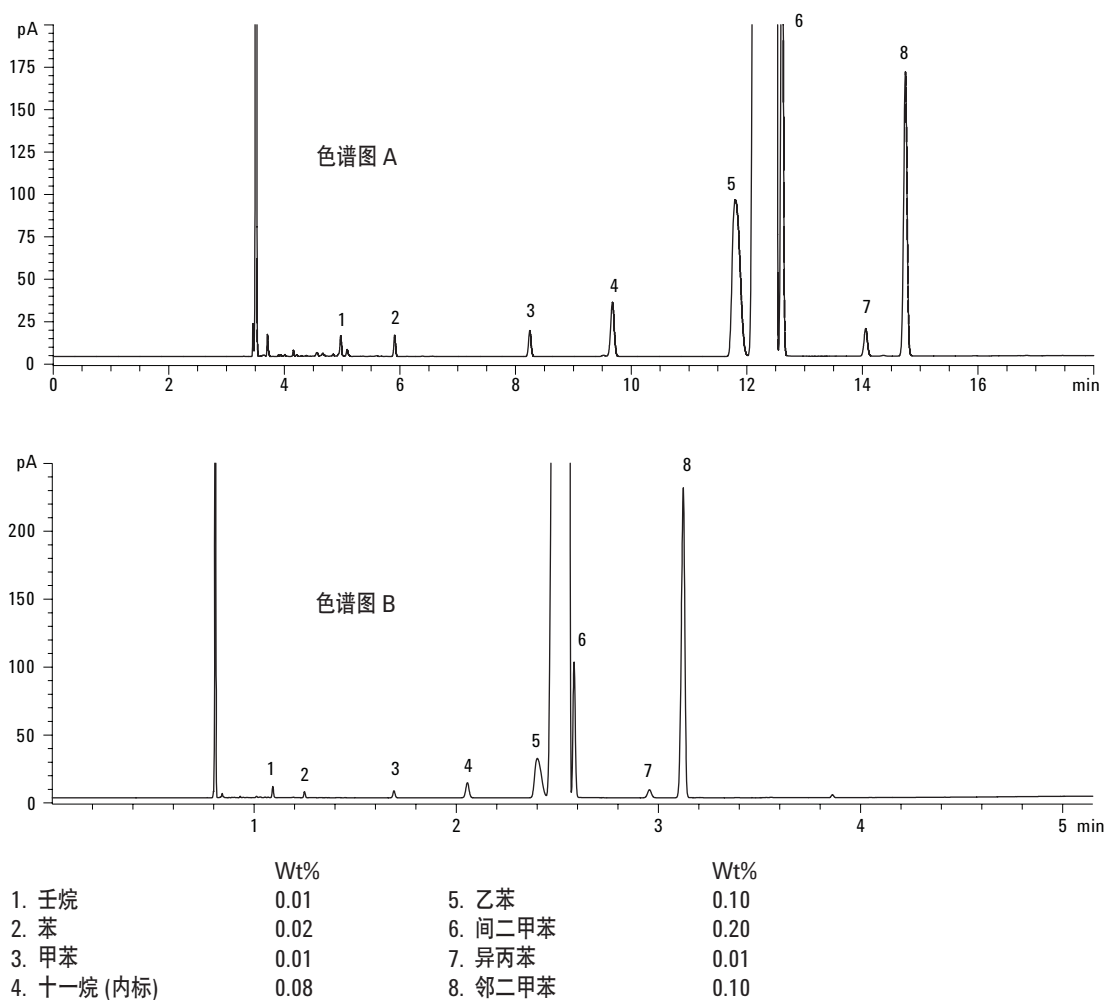


图 12. 在标准色谱柱(a) (方法 1) 和高效 GC 柱(b)上(方法 3) 分析对二甲苯标样的结果

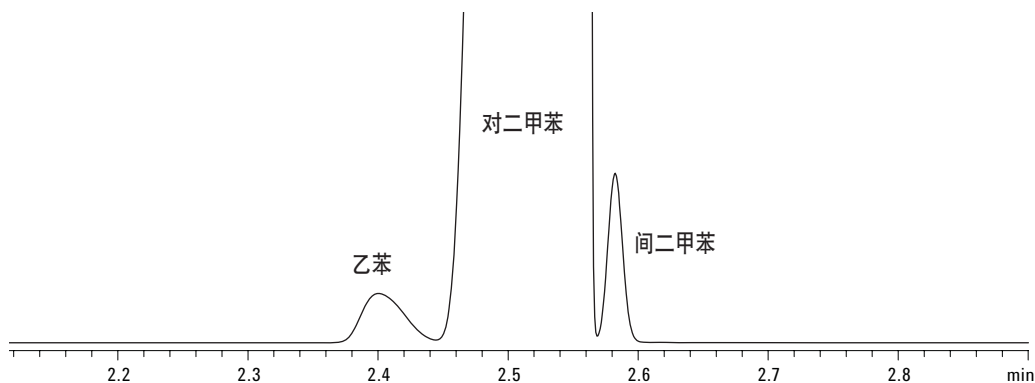


图 13. 图 12 的放大图显示采用快速 GC 方法对于间二甲苯和对二甲苯有很好的分离

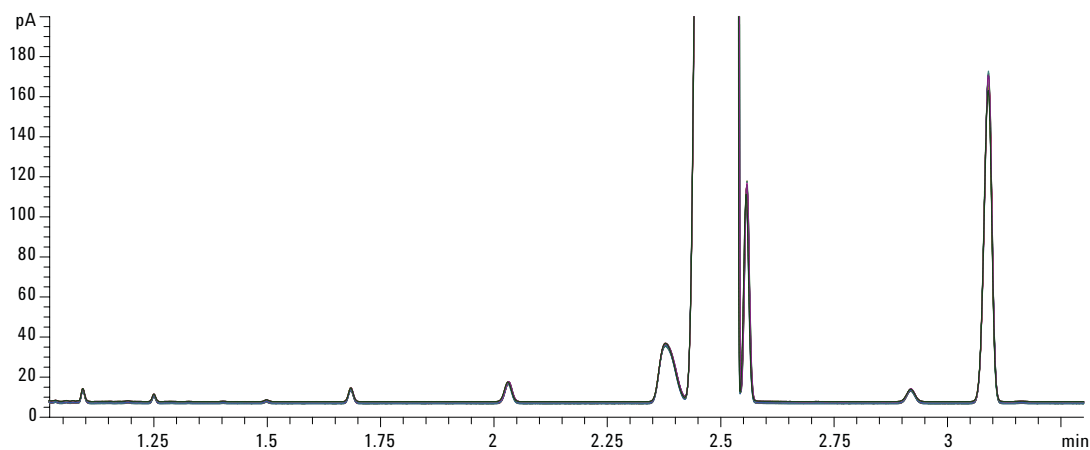


图 14. 采用高效 GC 柱 30 次运行 D3798 标样分析的重叠图

D4492 - 苯分析的标准测试方法

该测试方法常常用于测定成品苯的纯度及其中的痕量杂质。适合于测定苯中 0.001 到 0.010% (w/w) 的痕量杂质。进样量为 0.2 μ L，分流比为 50:1。

图 15 比较了方法 1 和 3 分析 D4492 校准标样的色谱图，采用高效色谱柱实现了 D4492 校准标样的良好分离，而且节约了 80% 的分析时间。

综上所述，对于这些校准标样的分析，方法 3 的分析时间平均比方法 1 的分析时间缩短约 5 倍。

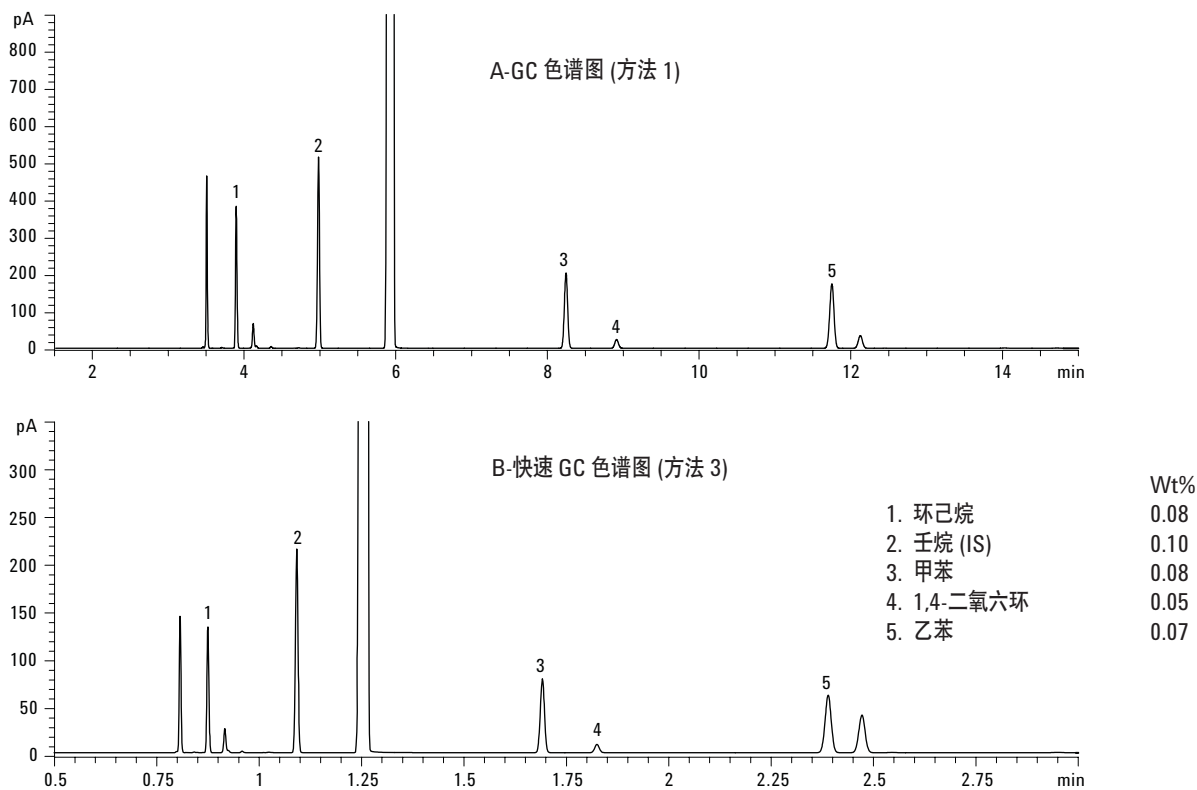


图 15. 在(a)标准色谱柱(方法 1)和(b)高效 GC 柱(方法 3)上 ASTM D4492 苯定量校准标样分析

结论

快速 GC 通过缩短分析时间可以显著提高实验室的工作效率。本应用说明了高效 GC 柱在常规芳烃溶剂分析中的实用性，以及采用这类色谱柱可以节省分析时间。总之，通过使用较小内径和较短柱长的高效 GC 柱，以及选择合适的载气(例如，氦气或氢气)，化工和石化实验室可以实现更高的样品分析通量并降低的分析成本[5]。

参考文献

1. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 6.04 "Paint - Solvents; Aromatic Hydrocarbons," ASTM, 100 Bar Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428 USA
2. James D. McCurry, "A Unified Gas Chromatography Method for Aromatic Solvent Analysis (芳烃溶剂分析的通用气相色谱方法)," 安捷伦科技, 出版物编号 5988-3741EN
3. Yuehua Zhou, "A Unified Method for the Analysis of Aromatic Solvent Using the Agilent 6820 Gas Chromatography System (使用 Agilent 6820 气相色谱仪分析芳烃溶剂的通用气相色谱方法)," 安捷伦科技, 出版物编号 5988-9278EN
4. ASTM Method D3797, Standard Test for Analysis of o-xylene, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 6.04, ASTM, 100 Bar Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428 USA
5. Ken Lynam and Yun Zou, "A Faster Solution for Unified Volatile Organic Analysis with 0.18 mm ID GC Columns (使用 0.18 mm ID GC 柱分析挥发性有机物的快速解决方案)," *Separation Times (分离时代)*, Vol 20, Number 5, 2007

若需要更多信息

有关我们产品和服务的更多信息请访问我们的网站：
www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦将对在此材料包含的错误或与本材料的供应、性能或使用相关的损失不承担责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

© 安捷伦科技版权所有. 2007

中国印刷
2007 年 11 月 28 日
5989-7623CHCN

