使用反相色谱-单四极杆质谱分析喷气燃料中抗氧剂 2,6-二叔丁基对甲酚

应用简报

能源化工

作者

左夏龙

安捷伦科技（中国）有限公司

摘要

本文采用 Agilent 6100 系列单四极杆质谱，反相色谱法，建立了航空煤油中抗氧剂 2,6-二叔丁基对甲酚的检测方法，检测限为 0.35 µg/mL，线性范围为 0.35 µg/mL-50 µg/mL，保留时间 RSD 为 0.03%，峰面积 RSD 为 1.72%。

前言

航空煤油中抗氧剂的分析对于炼化企业的用户来说常常存在困扰。常规使用的方法，如 IP343《航空涡轮机燃料中 2,4-二甲基-6-叔丁基苯酚含量的测定 — 高效液相色谱法》[1]，以及现在很多国内企业用户使用的均为正相色谱-紫外的液相色谱方法[2]。该方法存在正相色谱保留时间稳定性差；而且由于航空煤油本底对抗氧剂有干扰，存在共流出的现象，得到的定量结果比真实添加水平偏高。

本文采用了反相色谱法-单四极杆质谱联用方法解决了用户的困扰。反相色谱法保留时间稳定性好；而且由于航空煤油的成分为烷烃和芳香烃，这些结构在 ESI 源质谱上没有响应，所以可以克服基质的干扰。样品只需要经过稀释即可直接上样，有效地解决了传统方法（或正相色谱紫外检测方法）中的诸多问题。

Agilent Technologies

实验部分

试剂和样品

乙腈、正己烷为色谱纯级，购于迪马公司；所用实验用水为 Millipore Milli-Q 超纯水系统现制备的高纯去离子水；2,6-二叔丁基苯酚标准品购于 sigma 公司；样品由用户提供。

仪器和设备

Agilent 1260 Infinity II 液相色谱系统，配备如下安捷伦组件：

- Agilent 1260 Infinity II 型二元泵（部件号：G7111A）
- Agilent 1260 Infinity II 自动进样器（部件号：G7129A）
- Agilent 1260 Infinity II 柱温箱（部件号：G7130A）

Agilent 6120 单四极杆液质联用系统，配备 OpenLab Chemstation C.01.07 软件

标准溶液制备

将 50 mg 2,6-二叔丁基对甲酚置于 50 mL 容量瓶中，使用正己烷定容至 50 mL，配置成 1 mg/mL 储备液，置于 4 °C 冷藏。使用正己烷纯溶液稀释储备液至 0.5、1、2、5、10 µg/mL，作为标准溶液。

样品前处理

精密量取样品溶液 200 µL，加入 800 µL 正己烷溶液摇匀，待用。

液相色谱条件

色谱柱：	Poroshell EC-C18, 3.0 x 50 mm, 2.7 µm（部件号：699975-302）	
流速：	0.4 mL/min	
柱温：	30 °C	
流动相：	A：水 B：乙腈	
梯度程序：	时间 (min)	B%
	0.00	70
	5.00	100
	8.00	100
	8.10	70
	13.00	70

质谱条件

扫描模式：	负模式 SIM，分子量 219.2
干燥气温度：	350 °C
干燥气流速：	10 L/min
雾化气压力：	35 psi
毛细管电压：	3000 V
碎裂电压：	150 V
峰宽：	0.1 min

结果与讨论

本文使用 1260 Infinity II UHPLC 和 Poroshell EC-C18 色谱柱，采用反相色谱法，对喷气燃料进行分离，使用单四极杆 ESI 源质谱对抗氧剂 2,6-二叔丁基对甲酚进行定量分析。图 1 为不同浓度的标准溶液与正己烷纯溶液的色谱图结果，可得到正己烷纯溶液不会引起标准溶液中出现干扰峰。此外，分析 18 µg/mL 浓度的空白加标样品，所测得的实际数据为 18.3 µg/mL，从而得到使用正己烷溶剂可以保证回收率。图 2 为标准溶液拟合曲线，在 0.5-10 µg/mL 浓度范围内线性度良好，R^2 = 0.999。方法检测灵敏度可达 0.07 µg/mL，折合样品检测灵敏度为 0.35 µg/mL，远低于喷气燃料的添加水平。图 3 为样品两针进样与空白样品的色谱图叠图，无基质干扰影响。样品连续 6 针进样，如图 4 所示，色谱峰的保留时间 RSD 为 0.03%，峰面积 RSD 为 1.72%。

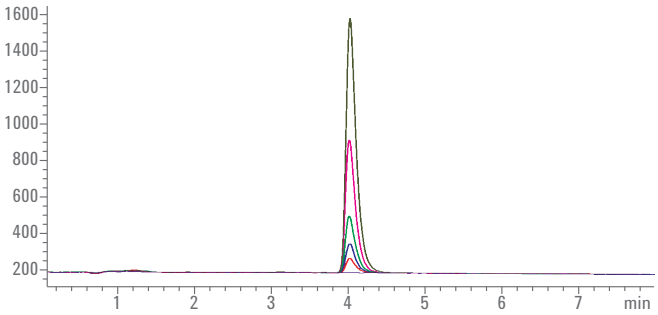


图 1. 2,6-二叔丁基对甲酚标准溶液与正己烷纯溶液叠图，标准溶液浓度分别为 0.5、1、2、5、10 µg/mL

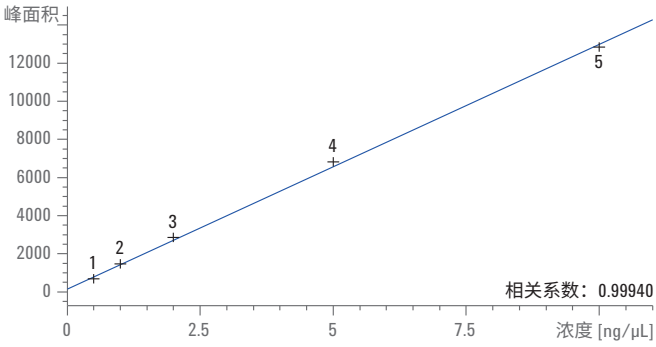


图 2. 2,6-二叔丁基对甲酚的定量曲线

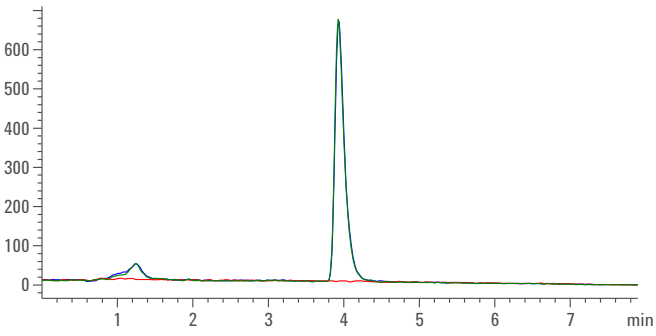


图 3. 加标样品与空白样品的色谱图叠图

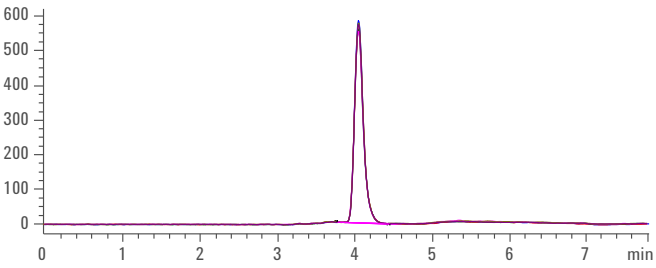


图 4. 样品连续 6 针进样色谱图叠图

结论

本实验将反相色谱与 Agilent 6100 系列单四极杆质谱联用，建立了准确、快速、重现性好、无基质干扰的喷气燃料中抗氧剂分析方法。解决了传统正相色谱-紫外的液相色谱方法保留时间稳定性差，以及由于共流出导致检测结果不准确的问题。此外，样品无需复杂的前处理，只需要使用正己烷对样品进行稀释即可，方法简单、易操作。因此，此方法非常适合炼化行业使用。

Agilent 6100 系列单四极杆质谱操作简便，正负模式均具有高灵敏度及快速的离子极性切换和扫描速度。可以完成复杂基质中目标化合物的定量工作；结合碰撞诱导解离，完成一些定性工作。该配置对于石化行业实验室除了分析抗氧剂以外，亦可被应用于抗静电剂等添加剂的检测，应用领域十分广泛。

参考文献

1. IP343 航空涡轮机燃料中 2,4-二甲基-6-叔丁基苯酚含量的测定 — 高效液相色谱法
2. RIPP95-90 高效液相色谱法直接测定喷气燃料中 2,6-二叔丁基对甲酚型抗氧剂含量

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017

2017 年 10 月 11 日，中国印刷

5991-8603CHCN



Agilent Technologies