

使用 8860 气相色谱系统和内置数据处理工具分析单环芳烃溶剂的通用方法

作者

Youjuan Zhang
安捷伦科技（上海）有限公司
中国上海，邮编 200131

摘要

对于那些工作流程简单，只需简单数据分析的客户，可以采用 Agilent 8860 气相色谱 (GC) 配备 Agilent DA Express 系统。将浏览器界面与 DA Express 结合使用，无需额外的工作站软件即可对系统中的数据进行采集、基本积分、校正和报告。本应用简报介绍了使用浏览器界面和 DA Express 进行芳烃溶剂纯度分析的通用方法。

前言

对化工和石化行业中的许多 QA/QC 实验室而言，检测并确定芳烃的纯度是一项常规分析工作。通常需要测定特定芳香族化合物（例如用作化学中间体和溶剂的苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和混合二甲苯）生产过程中残留的烃类杂质的类型和含量。在生产或使用这些产品时，适合使用 ASTM D7504 方法^[1] 来确定质量标准并用作内部质量控制工具。

中国石化行业的大多数国家标准方法均符合 ASTM 方法的要求。许多实验室需要运行多种不同的 ASTM 方法来测定芳烃的杂质，因为目前中国尚未颁布基于 ASTM D7504 的使用氦气作为载气的国家标准方法。在日常工作中，需要采用一种简单的方法来分析芳烃的杂质。考虑到氦气是国内常用的载气，本研究开发出两种分别使用氦气和氮气作为载气的通用方法。

浏览器界面是 8860 气相色谱系统的一项关键功能，可通过台式机、笔记本电脑或平板电脑进行访问。通过该界面，用户可以轻松访问 8860 气相色谱系统的大多数功能。可以编辑、修改和保存方法，并直接在气相色谱系统上运行序列。对于那些工作流程简单，只需简单数据分析的实验室，8860 气相色谱系统的浏览器界面可以结合可选的 DA Express。该软件使用户可以对系统中的数据进行基本积分、线性校正和报告。“完整解决方案”的概念结合了方法、序列和 DA Express，为分析芳香族溶剂的纯度提供了精简的工作流程。

实验部分

本研究采用配备分流/不分流进样口和火焰离子化检测器 (FID) 的 Agilent 8860 气相色谱系统。表 1 和表 2 分别列出使用氦气和氮气作为载气的详细操作条件。如图 1A 和 1B 所示，通过浏览器界面运行序列可以完成数据采集，而数据积分可以通过 DA Express 完成。

表 1. 使用氦气载气进行通用芳香族溶剂分离的条件

| 参数 | 值 |
|-----|--|
| GC | Agilent 8860 气相色谱系统 |
| 软件 | 安捷伦浏览器界面和 DA Express |
| 进样口 | 分流/不分流; 270 °C; 分流比 100:1 |
| 衬管 | 带玻璃毛的超高惰性低压降分流衬管 (部件号 5190-2295) |
| 色谱柱 | Agilent J&W HP-INNOWax, 60 m × 0.32 mm, 0.5 µm (部件号 19091N-2161) |
| 载气 | 氦气, 2.1 mL/min, 恒流 |
| 柱温箱 | 60 °C (保持 10 min), 然后以 5 °C/min 升至 150 °C (保持 10 min) |
| 检测器 | FID, 300 °C |
| 进样量 | 0.6 µL (根据 ASTM D7504 方法建议) (部件号 5181-8810) |

表 2. 使用氮气载气进行通用芳香族溶剂分离的条件

| 参数 | 值 |
|-----|--|
| GC | Agilent 8860 气相色谱系统 |
| 软件 | 安捷伦浏览器界面和 DA Express |
| 进样口 | 分流/不分流; 270 °C; 分流比 100:1 |
| 衬管 | 带玻璃毛的超高惰性低压降分流衬管 (部件号 5190-2295) |
| 色谱柱 | Agilent J&W HP-INNOWax, 60 m × 0.32 mm, 0.5 µm (部件号 19091N-2161) |
| 载气 | 氮气, 1.5 mL/min, 恒流 |
| 柱温箱 | 65 °C (保持 23 min), 然后以 5 °C/min 升至 150 °C, 然后在 220 °C 下后运行 5 min |
| 检测器 | FID, 300 °C |
| 进样量 | 0.6 µL (根据 ASTM D7504 方法建议) (部件号 5181-8810) |

化学品、标准品和样品

26 种溶剂的单一标准品 (纯度 > 98%) 和正己烷购自上海安谱实验科技股份有限公司。

用正己烷配制浓度为 0.1 wt% 的 ASTM D7504 方法中规定的所有芳香族溶剂和杂质的溶液，结果如图 2 所示。进样分析甲苯、邻二甲苯、对二甲苯、乙苯和苯乙烯的标准样品。

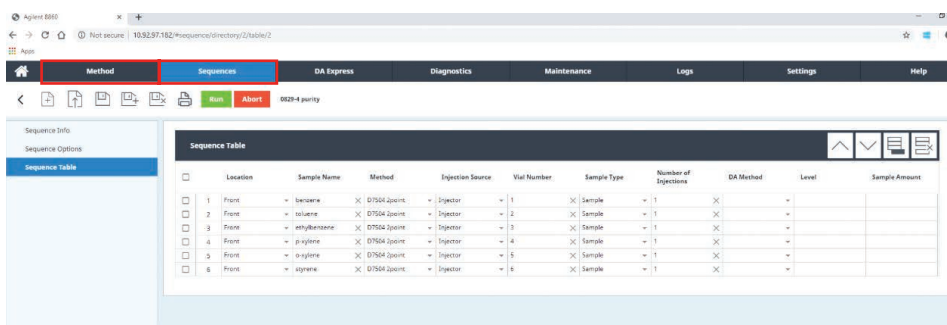


图 1A. 通过安捷伦浏览器界面编辑和运行序列

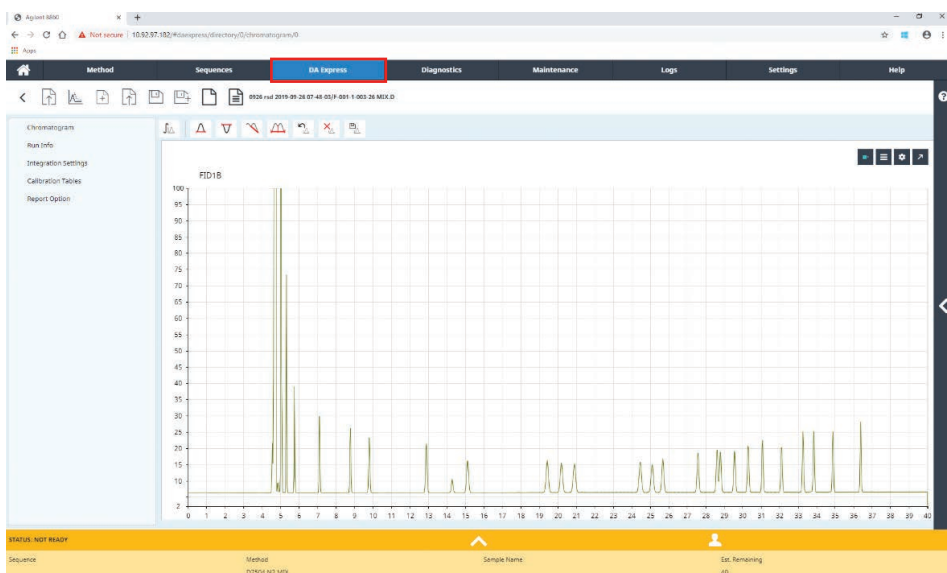


图 1B. 利用 Agilent DA Express 进行数据分析

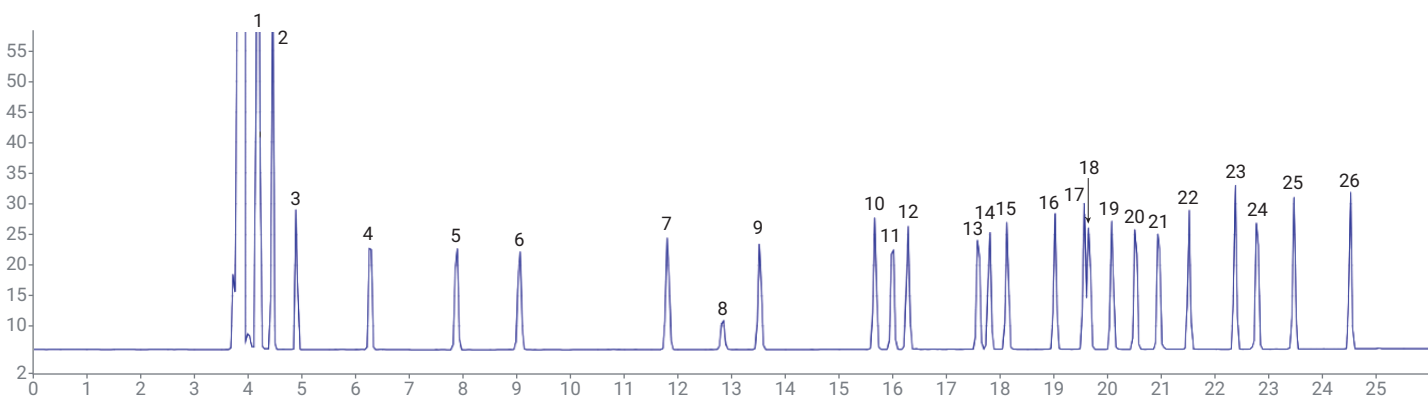


图 2. 采用以 He 作为载气分离 26 种化合物的通用方法得到的色谱图

结果与讨论

ASTM D7504 方法规定使用气相色谱法检测整体化学纯度和关键杂质浓度。图 2 显示了使用氦气 (He) 作为载气得到的包含一组芳香族溶剂和杂质的己烷溶液的典型色谱图。如色谱图所示，除对乙基甲苯和间乙基甲苯为部分分离外，大多数化合物均实现了基线分离。

考虑到氮气 (N₂) 是国内常用且经济的载气，本应用简报开发出一种使用 N₂ 作为载气的方法。载气的类型及其流速对分离度和保留时间有很大影响。设置适当的气体速度以实现分离度与分析时间之间的平衡非常重要。使用 N₂ 作为载气的分析时间长于使用 He 作为载气的分析时间。为确保从色谱柱中去除样品中一些无关的高沸点杂质，并尽可能缩短分析时间，在 N₂ 方法中采用了后运行功能。图 3 显示了使用 N₂ 作为载气，得到的包含相同的 26 种化合物的己烷溶液的色谱图。与图 2 相比，分离度和响应等色谱

性能相似，但总分析时间更长。为验证系统的稳定性，对 26 种化合物的混合物进行 9 次连续进样，以确定重现性。表 3 显示，所有化合物的峰面积 %RSD 均未超过 2.06%，且保留时间 %RSD 均未超过 0.026%。

表 3. 使用 N₂ 载气得到的 26 种化合物的 RSD 结果

| 序号 | 名称 | %RSD (n = 9) | |
|----|----------|--------------|------|
| | | 保留时间 | 峰面积 |
| 1 | 庚烷 | 0.021 | 1.07 |
| 2 | 环己烷 | 0.022 | 1.19 |
| 3 | 辛烷 | 0.023 | 1.67 |
| 4 | 壬烷 | 0.02 | 1.85 |
| 5 | 苯 | 0.019 | 0.98 |
| 6 | 癸烷 | 0.023 | 1.89 |
| 7 | 甲苯 | 0.023 | 1.34 |
| 8 | 1,4-二氧六环 | 0.023 | 1.14 |
| 9 | 十一烷 | 0.023 | 1.75 |
| 10 | 乙苯 | 0.023 | 1.85 |
| 11 | 对二甲苯 | 0.026 | 1.62 |
| 12 | 间二甲苯 | 0.022 | 1.7 |
| 13 | 异丙苯 | 0.014 | 1.91 |

| 序号 | 名称 | %RSD (n = 9) | |
|----|-----------------|--------------|------|
| | | 保留时间 | 峰面积 |
| 14 | 十二烷 | 0.011 | 2 |
| 15 | 邻二甲苯 | 0.013 | 1.75 |
| 16 | 丙基苯 | 0.009 | 1.9 |
| 17 | 对乙基甲苯 | 0.008 | 1.87 |
| 18 | 间乙基甲苯 | 0.007 | 1.88 |
| 19 | 叔丁基苯 | 0.006 | 1.87 |
| 20 | 仲丁基苯 | 0.007 | 1.79 |
| 21 | 苯乙烯 | 0.005 | 1.73 |
| 22 | 十三烷 | 0.004 | 2.03 |
| 23 | 1,3-二乙基苯 | 0.004 | 2 |
| 24 | 正丁基苯 | 0.004 | 2.06 |
| 25 | α -甲基苯乙烯 | 0.003 | 1.91 |
| 26 | 苯乙炔 | 0.003 | 1.58 |

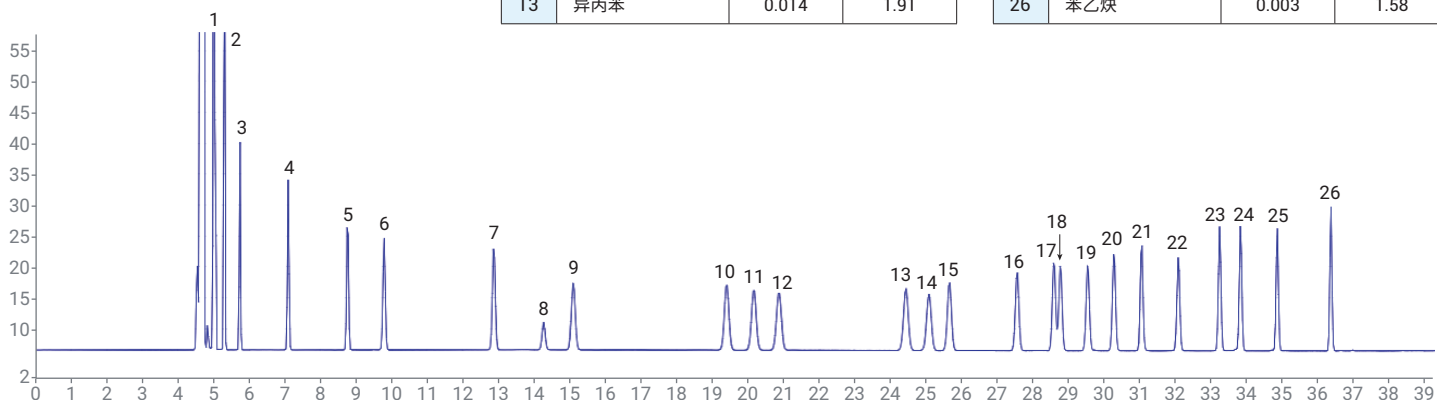


图 3. 采用以 N₂ 作为载气分离 26 种化合物的通用方法得到的色谱图

甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯和苯乙烯的纯度分析

ASTM D7504 方法包括使用 He 载气通过气相色谱测定苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和混合二甲苯中非芳烃和单环芳烃的总含量。在本应用简报中, N₂ 方法 (表 2) 可以测定甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯和苯乙烯中已知的烃类杂质以及各种化合物的纯度。通常用于分析纯度为 99% 或更高的上述五种

化合物。图 4、5、6、7 和 8 分别显示了甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯和苯乙烯标准样品的色谱图。ASTM D7504 方法还利用有效碳数 (ECN) 的算法从而避免了准备标准样品以及绘制标准曲线。使用 ECN 响应因子测量并调整各种组分的峰面积。根据各组分相对于调整后的总峰面积的相对百分比 (归一化至 100%), 计算其浓度。使用 DA Express, 通过基于归一化峰面积百分比的半定量结果进行

定性分析。对于实施内部 QA 或过程监测的实验室而言, 该功能足以满足要求。如果需要完整的定量报告, 则可以通过 DA Express 对系统中的数据进行积分, 并将峰面积导出至 Excel, 以显示基于 ECN 的完整定量报告。表 4、5、6、7 和 8 中的结果分别显示了根据 ECN 计算出的甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯和苯乙烯及其杂质的重量百分比。

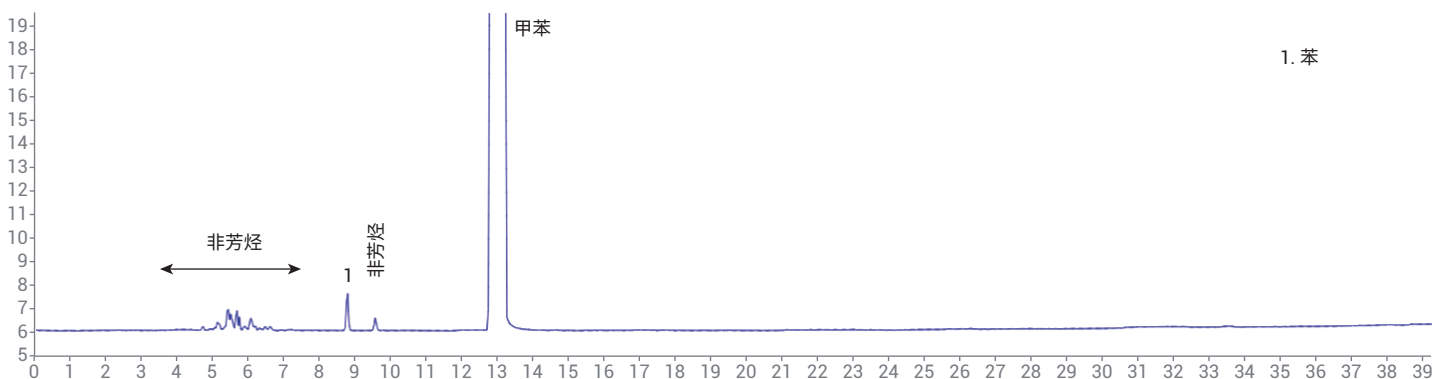
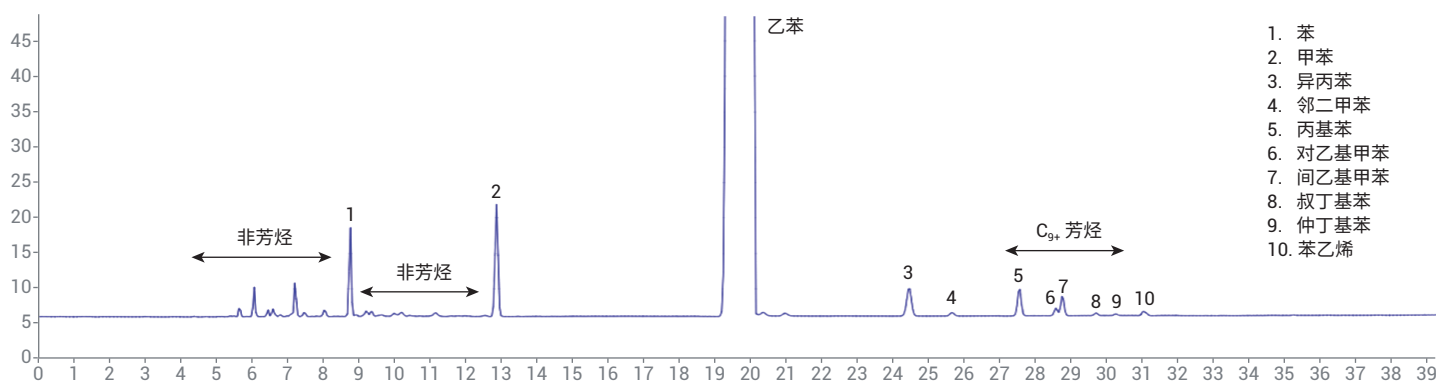


图 4. 使用 N₂ 载气运行甲苯标样

表 4. 使用 N₂ 载气得到的甲苯纯度和杂质

| 化合物 | 结果 (wt%) |
|-----|----------|
| 非芳烃 | 0.0272 |
| 苯 | 0.0063 |
| 甲苯 | 99.9665 |

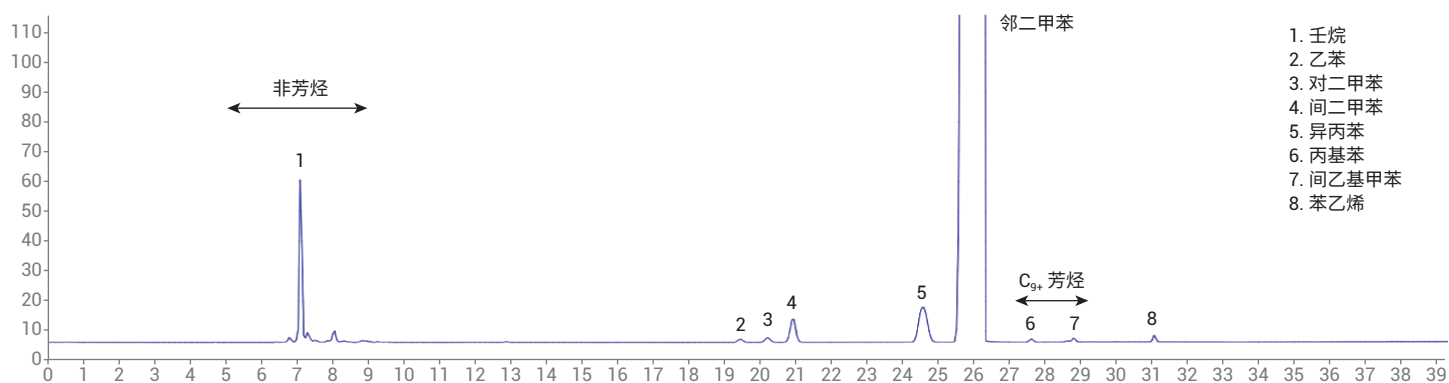


1. 苯
2. 甲苯
3. 异丙苯
4. 邻二甲苯
5. 丙基苯
6. 对乙基甲苯
7. 间乙基甲苯
8. 叔丁基苯
9. 仲丁基苯
10. 苯乙烯

图 5. 使用 N₂ 载气运行乙苯标样

表 5. 使用 N₂ 载气得到的乙苯纯度和杂质

| 化合物 | 结果 (wt%) |
|--------------------|----------|
| 非芳烃 | 0.0975 |
| 苯 | 0.0503 |
| 甲苯 | 0.0861 |
| 乙苯 | 99.6661 |
| 异丙苯 | 0.0351 |
| 邻二甲苯 | 0.0042 |
| 苯乙烯 | 0.0052 |
| C ₉₊ 芳烃 | 0.0555 |



1. 壬烷
2. 乙苯
3. 对二甲苯
4. 间二甲苯
5. 异丙苯
6. 丙基苯
7. 间乙基甲苯
8. 苯乙烯

图 6. 使用 N₂ 载气运行邻二甲苯标样

表 6. 使用 N₂ 载气得到的邻二甲苯纯度和杂质

| 化合物 | 结果 (wt%) |
|--------------------|----------|
| 非芳烃 | 0.3711 |
| 乙苯 | 0.0097 |
| 对二甲苯 | 0.0148 |
| 间二甲苯 | 0.0781 |
| 异丙苯 | 0.1798 |
| 邻二甲苯 | 99.327 |
| 苯乙烯 | 0.0123 |
| C ₉₊ 芳烃 | 0.0072 |

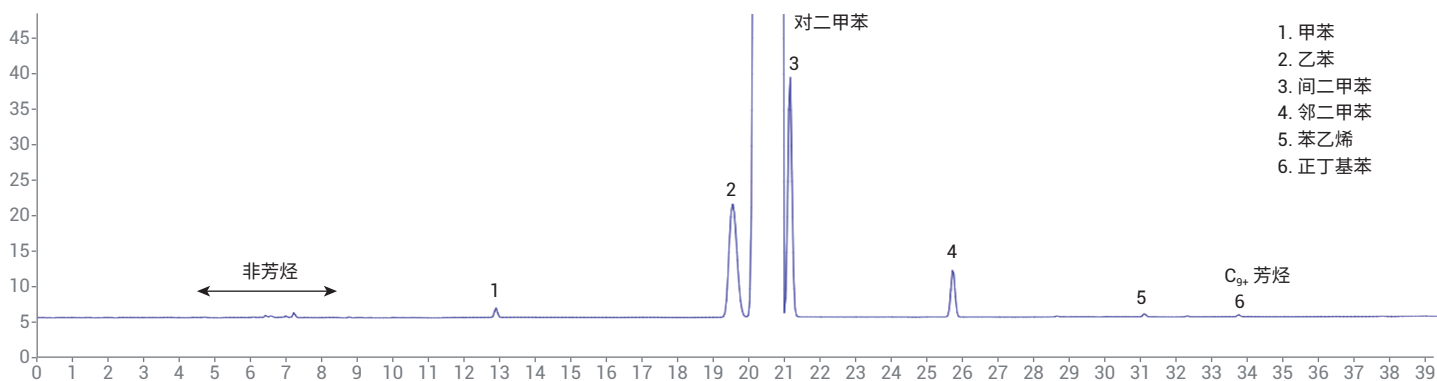


图 7. 使用 N₂ 载气运行对二甲苯标样

表 7. 使用 N₂ 载气得到的对二甲苯纯度和杂质

| 化合物 | 结果 (wt%) |
|--------------------|----------|
| 非芳烃 | 0.0105 |
| 甲苯 | 0.0079 |
| 乙苯 | 0.2307 |
| 对二甲苯 | 99.4344 |
| 间二甲苯 | 0.26 |
| 邻二甲苯 | 0.052 |
| 苯乙烯 | 0.0028 |
| C ₉₊ 芳烃 | 0.0017 |

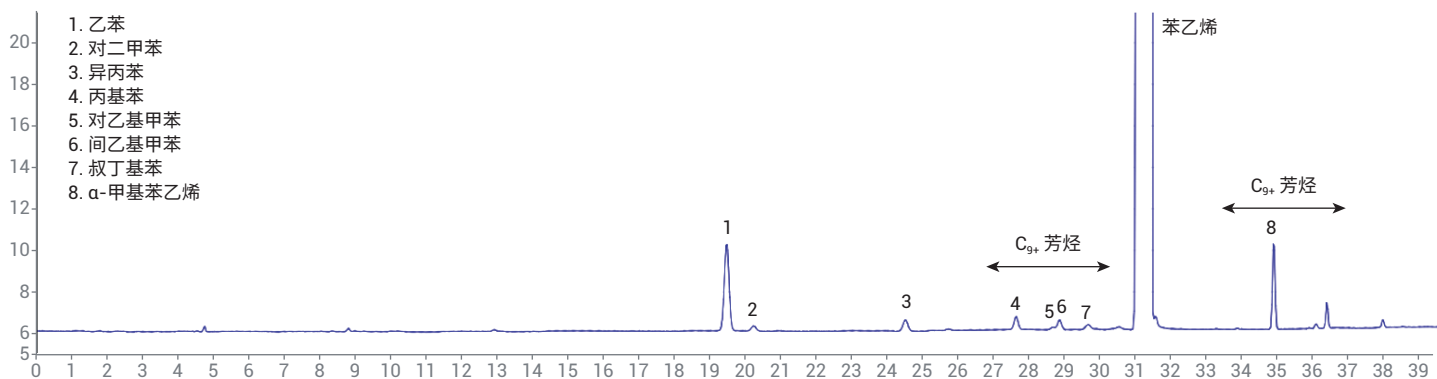


图 8. 使用 N₂ 载气运行苯乙烯标样

表 8. 使用 N₂ 载气得到的苯乙烯纯度和杂质

| 化合物 | 结果 (wt%) |
|--------------------|----------|
| 乙苯 | 0.0353 |
| 对二甲苯 | 0.0011 |
| 异丙苯 | 0.0054 |
| 苯乙烯 | 99.921 |
| C ₉₊ 芳烃 | 0.0372 |

结论

本研究表明，配备 DA Express 软件的 Agilent 8860 气相色谱系统和浏览器界面可以成功运行用于测定单环芳香族溶剂纯度的 ASTM D7504 方法。该系统同样非常适合使用 N₂ 作为载气对相同的化合物进行分析。DA Express 可轻松完成数据分析，与浏览器界面的采集方法和序列结合使用，提供了一种强大而简单的芳香族溶剂分析方法。

参考文献

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2015**
2. McCurry, J. D. A Unified Gas Chromatography Method for Aromatic Solvent Analysis (芳香溶剂分析的通用气相色谱方法), 安捷伦科技公司, 出版号 5988-3741EN
3. 周月华, 用 Agilent 6820 气相色谱系统分析芳烃溶剂的通用方法, 安捷伦科技公司, 出版号 5988-9278CHCN

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

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2019
2019 年 11 月 15 日, 中国出版
5994-1586ZHCN
DE.4777662037