

# GC-FPD 测定苯中微量的环丁砜和噻吩含量

GC-080

**摘要：**本文利用岛津 GC-2014 气相色谱仪，建立了测定苯中微量的环丁砜和噻吩含量的方法。该方法在 0.5~10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数  $r$  均在 0.9995 以上。以 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的环丁砜和噻吩标样平行进样 6 次，峰面积的 RSD 小于为 1.91%，完全满足石油化工行业对苯中环丁砜和噻吩的检测要求。

**关键词：**气相色谱仪 环丁砜 噻吩 苯 火焰光度检测器 (FPD)

苯是一种石油化工基本原料，苯的产量和生产的技术水平是一个国家石油化工发展水平的标志之一。噻吩存在于炼焦生产的粗苯馏分中，为焦油杂质。在很多以苯为溶剂的化学合成中，因微量的噻吩存在而严重影响产品质量，甚至报废。因此，苯中微量噻吩的检测，是苯中杂质检测必不可少的项目之一。

石油化工公司苯加氢工艺所用原料粗苯中的硫化物杂质（噻吩等）通过加氢后转化为相应的烷烃及硫化氢，再通过环丁砜萃取蒸馏工艺除去非芳烃杂质。尽管脱硫反应有很高的化学平衡转化率，但脱硫率并不一定很高。萃取溶剂环丁砜也是一种硫化物，溶剂回收后在苯、非芳烃、混合芳烃中可能有微量的环丁砜存在。

国内外利用气相色谱法检测硫化物的检测器有：火焰光度检测器 (FPD)、脉冲火焰光度检测器 (PFPD)、硫化学发生检测器 (SCD) 等。采用气相色谱与 FPD 联用测定苯样品中微量环丁砜和噻吩不需要对样品预处理，可直接对样品进行分析，减少预处理过程中造成的误差；而且由于 FPD 只对硫化物相响应，对芳烃和其他类型的化合物几乎无响应，极大提高了检测灵敏度并降低了检测限。

本文采用岛津 GC-2014 配合 FPD 检测器对苯样品中微量的环丁砜和噻吩含量进行测定，以提高岛津仪器在石油化工行业的应用。

## 实验部分

### 1.1 仪器配置

GC-2014 气相色谱仪

### 1.2 实验条件

GC 条件：

环丁砜测定条件

进样口温度：200 $^{\circ}\text{C}$

进样量：1  $\mu\text{L}$

载气：氦气

进样方式：不分流进样

不分流进样时间：1 min

载气流量：1.72 mL/min

色谱柱：Intercap wax, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱温：100 $^{\circ}\text{C}$  (1 min) \_10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  \_220 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

检测器：FPD

检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

氢气：105 kPa

空气：35 kPa

噻吩测定条件

进样口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

进样量：1  $\mu\text{L}$

载气：氦气

进样方式：不分流进样

不分流进样时间：1min

载气流量：0.73 mL/min

色谱柱：Intercap wax, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱温：50 $^{\circ}\text{C}$  (3 min) \_5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  \_90 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

\_20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  \_240 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

检测器：FPD

检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

氢气：105kPa

空气：35kPa

### 1.3 样品制备

直接取样品 1  $\mu\text{L}$  进 GC-2014 分析。

## 实验结果

### 2.1 标准谱图

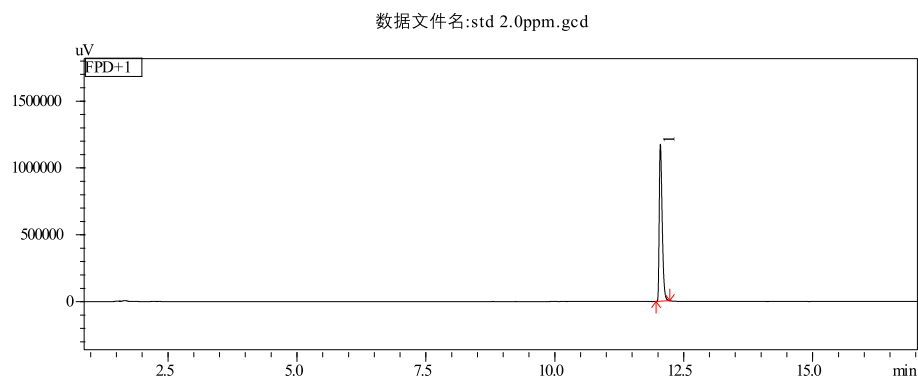


图1 环丁砜标样色谱图(2µg/mL)

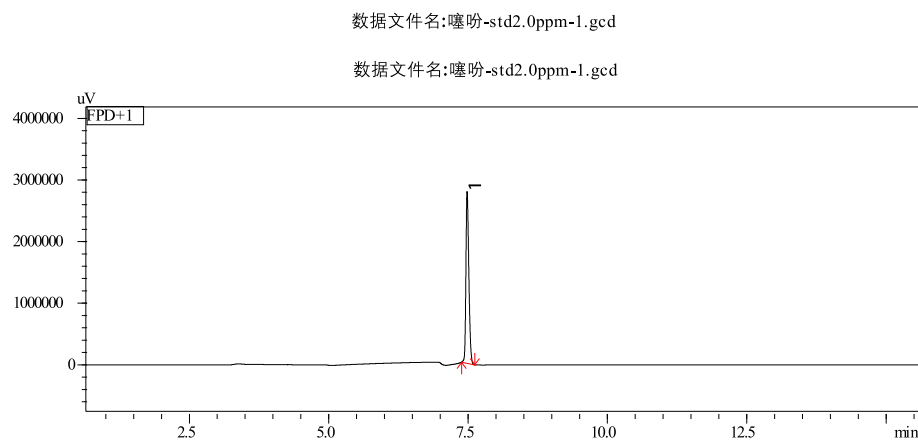


图2 噻吩标样色谱图(2µg/mL)

表1 组分保留时间、中文名称、CAS号

No.	名称	CAS号	保留时间 (min)
1	环丁砜	126-33-0	12.038
2	噻吩	110-02-1	7.483

### 2.2 标准曲线

环丁砜标样用纯水配置、噻吩标样用苯配置，配置浓度为 0.5、1、2、5 和 10 µg/mL 的标样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用二次曲线进行线性拟合，制作标准曲线，见图 2；以 1 µg/mL 标准溶液响应值，按照 3 倍的峰比计算仪器检出限，结果如表 2 所示。

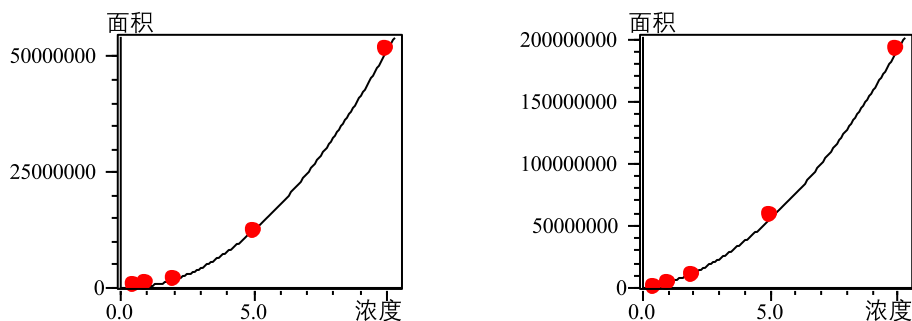


图2 环丁砜和噻吩标准曲线图

表2 环丁砜和噻吩相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 ( $\mu\text{g/mL}$ )
1	环丁砜	0.9998	0.04
2	噻吩	0.9995	0.09

### 2.3 重复性

用浓度为  $1 \mu\text{g/mL}$  的环丁砜和噻吩标样进行重复性测试, 重复进样 6 次, 重复性良好, 结果如表 3 所示。

表3 环丁砜和噻吩峰面积重复性结果 (n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	环丁砜	1788623	1717557	1758814	1772522	1762939	1702315	1750462	1.91
2	噻吩	2957601	2912819	2934338	2985329	2974789	2964304	2954863	0.91

### 2.4 回收率测试

在空白苯中加入  $1 \mu\text{g/mL}$  的环丁砜和噻吩标样进行回收率测定, 其回收率见表 4。

表4 样品加标回收结果(n=3)

No.	化合物	加标量 ( $\mu\text{g/mL}$ )	平均测定值 ( $\mu\text{g/mL}$ )	平均回收率(%)	RSD(%)
1	环丁砜	1	1.02	102	0.20
2	噻吩	1	1.01	101	1.24

## 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014 分析苯产品中微量的环丁砜和噻吩含量, 在  $0.5\sim 10 \mu\text{g/mL}$  浓度范围内标准曲线线性良好,  $1 \mu\text{g/mL}$  环丁砜和噻吩标样平行进样 6 次, 峰面积比值的 RSD 在 1.91% 以下, 该方法可用于石油化工产品中微量的环丁砜和噻吩含量测定。