

气相色谱法测定洗油中 α -甲基萘和 β -甲基萘含量

GC-288

摘要：本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，以内标法，建立了洗油中 α -甲基萘和 β -甲基萘含量的检测方法。在 α -甲基萘 0.1~0.8 mg/mL 和 β -甲基萘 0.2~1.8 mg/mL 浓度范围内，两化合物线性关系良好，相关系数 R 均大于 0.999。取 α -甲基萘浓度为 0.20 mg/mL、 β -甲基萘浓度为 0.40 mg/mL 的混合标准溶液连续进样 6 次，进行重复性测试，两化合物峰面积 RSD 均小于 1%。加标回收率实验中，两化合物回收率在 94%~101% 之间。该方法适用于洗油中 α -甲基萘和 β -甲基萘含量的测定。

关键词：气相色谱仪 洗油 α -甲基萘 β -甲基萘

技术特点：

- ❖ 样品直接经溶剂稀释定容，前处理简单易操作。
- ❖ 通过方法优化，解决了 α -甲基萘与 β -甲基萘之间的杂质峰干扰问题。

洗油，是煤焦油或石油中的馏分，沸程在 230~300°C，利用其与煤焦油、石油中其他组分相似相溶的特点，用于分馏过程中产生的气体的洗涤，使之吸收气体中的苯或萘系化合物，因此得名洗油。

洗油一般为黄褐色或棕黑色油状液体，主要由甲基萘、联萘、二甲基萘、蒽、茚、氧茚等组成，其中甲基萘的含量在 40% 以上，包括 α -甲基萘和 β -甲基萘两种，且 α -甲基萘含量约为 β -甲基萘的 1/2。

当前，洗油中甲基萘的测定主要依据 YB/T 4930-2021《洗油 主要组分的测定 气相色谱法》，该标准已不能满足洗油日益增长的精细化市场需求。根据《国

家标准化管理委员会关于下达 2021 年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2021〕12 号）通知要求，由内蒙古包钢钢联股份有限公司联合冶金工业信息标准研究院共同起草《洗油中 α -甲基萘和 β -甲基萘含量的测定 气相色谱法》，该计划号为 2021-0364T-YB，其征求意见稿已完成。

本文参考计划号为 2021-0364T-YB《洗油中 α -甲基萘和 β -甲基萘含量的测定 气相色谱法》征求意见稿，利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了洗油中 α -甲基萘和 β -甲基萘的测定方法，为相关检验提供参考。

实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 GC 分析条件

色谱柱：	SH-I-17, 30 m×0.25 mm×0.25 μ m	分流比：	100:1
柱温程序：	95°C (1 min) _5°C /min_160°C (0.5 min) _30°C /min_250°C (3 min)	进样体积：	0.4 μ L
进样口温度：	250°C	FID 检测器温度：	280°C
载气：	氮气	空气流量：	400 mL/min
载气控制模式：	恒线速度	氢气流量：	40 mL/min
线速度：	28 cm/s	尾吹气流量：	30 mL/min
色谱柱流量：	1.0 mL/min		
进样方式：	分流		

■ 样品前处理

参考《洗油 α - 甲基萘和 β - 甲基萘含量的测定 气相色谱法》征求意见稿处理方式，前处理流程见图 1。

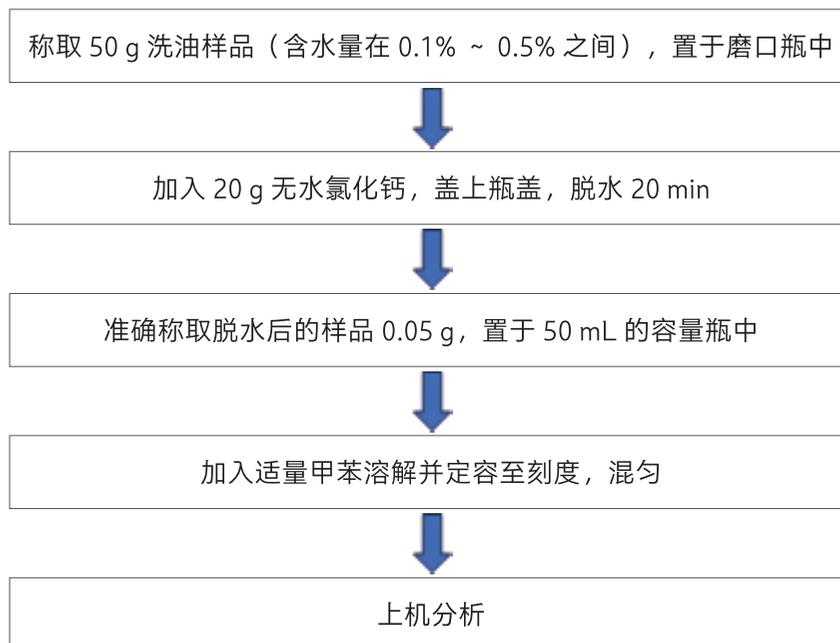


图 1 样品前处理流程

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

标准品色谱图与化合物信息表分别见图 2 和表 1。

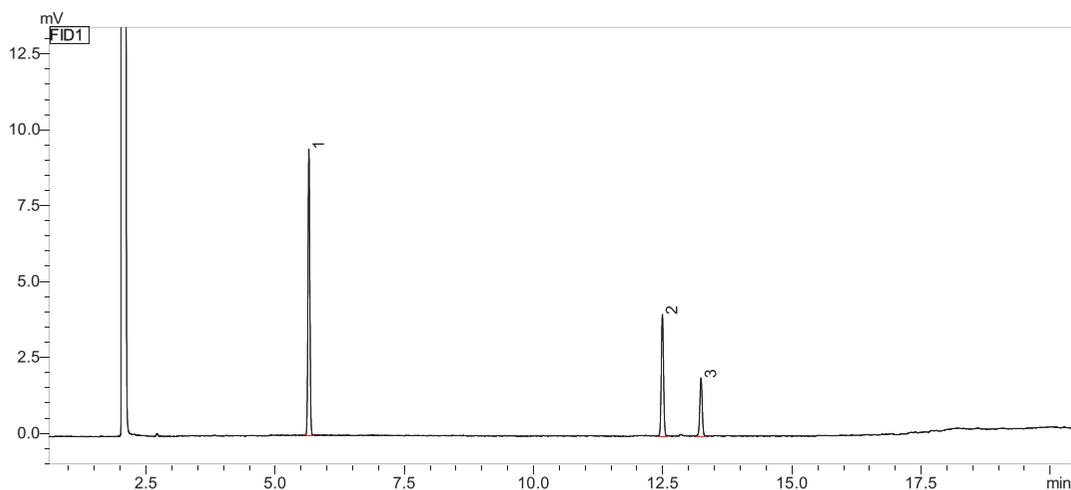


图 2 标准溶液色谱图 (α - 甲基萘 0.20 mg/mL, β - 甲基萘 0.40 mg/mL)

表1 化合物信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	正十二烷	Dodecane	112-40-3	5.667
2	β- 甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	12.509
3	α- 甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	13.256

3.2 标准曲线与检出限

准确吸取 α- 甲基、β- 甲基萘和正十二烷标准溶液适量。配制成 α- 甲基萘和 β- 甲基萘混合标准系列溶液，其中 α- 甲基萘浓度分别为 0.10、0.20、0.30、0.40、0.50、0.60、0.70、0.80 mg/mL，β- 甲基萘浓度分别为 0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.20、1.40、1.60 mg/mL，各系列浓度中内标正十二烷浓度均为 0.4 mg/mL。以各目标化合物与正十二烷的质量浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标绘制标准曲线，标准曲线如图 3 所示。以含 α- 甲基萘浓度为 0.10 mg/mL、β- 甲基萘浓度为 0.20 mg/mL 的混合标准溶液计算两化合物的仪器检出限（按 3 倍信噪比计算），结果见表 2。

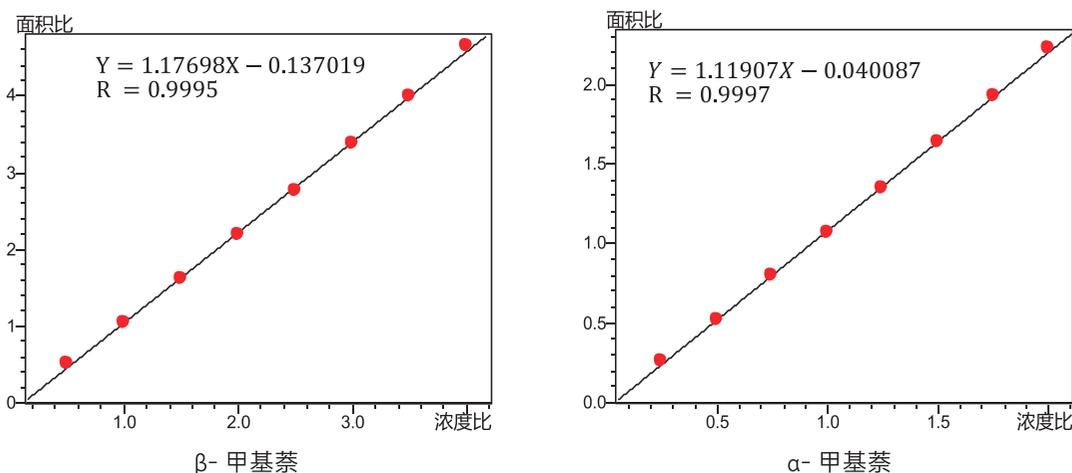


图3 2种甲基萘标准曲线

表2 标准曲线信息、仪器检出限与重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (mg/L)	峰面积 RSD (%)	保留时间 RSD (%)
1	β- 甲基萘	0.9996	3.82	0.71	0.005
2	α- 甲基萘	0.9998	3.80	0.80	0.005

3.3 重复性实验

取 α- 甲基萘浓度为 0.20 mg/mL、β- 甲基萘浓度为 0.40 mg/mL 的混合标准溶液，连续进样 6 次，考察重复性，测定结果见表 2。

3.4 样品测试与回收率试验

取洗油样品，按前述样品前处理步骤进行处理，样品色谱图如图 4 所示，样品测试结果见表 3。利用该样品分别进行 α- 甲基萘浓度为 100、400 和 600 mg/g，β- 甲基萘浓度为 200、800 和 1200 mg/g 的低、中、高三个浓度的加标试验，每个浓度平行 3 份，结果见表 3。

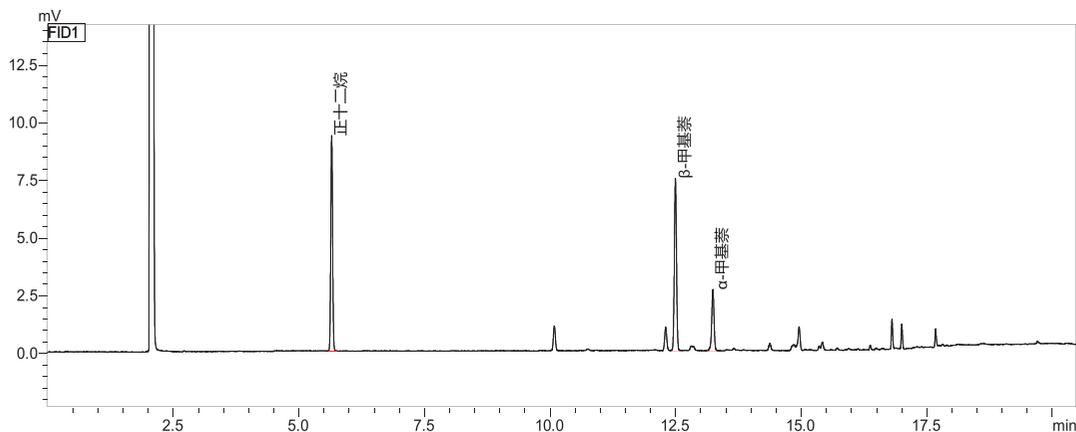


图 4 洗油样品色谱图

表 3 洗油中 α- 甲基萘和 β- 甲基萘含量测定及加标实验结果 (n=3)

No.	化合物名称	样品重量 (g)	实测浓度 (mg/mL)	试样含量 (%)	低浓度加标		中浓度加标		高浓度加标	
					回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
1	β- 甲基萘	0.0506	0.371	36.66	94.17	1.34	98.38	0.36	100.58	0.38
2	α- 甲基萘		0.144	14.23	95.33	1.21	98.42	0.78	99.56	0.10

■ 结论

本文采用 GC-2010 Pro 气相色谱仪建立了洗油中 α- 甲基萘和 β- 甲基萘的测定方法。该方法目标峰与杂质峰能有效分离，干扰小，操作简单，回收率高，重复性好，可用于洗油中 α- 甲基萘和 β- 甲基萘含量的测定。

岛津应用云

