

气相色谱法测定洗油中的主要组分

GC-230

摘要：本文采用岛津 GC-2030 气相色谱仪建立洗油的分析方法，使用毛细管色谱柱实现了洗油中 12 种主要组分的分离，用氢火焰离子化检测器检测。该方法灵敏，检出限 < 0.003%。洗油实际样品测定结果重复性大幅优于标准 YB/T 4930-2021 规定的重复性限，可应用于洗油及具有相似组成的轻质煤焦油中相关主要组分的分离和定量分析。

关键词：气相色谱 洗油 氢火焰离子化检测器

洗油一般为煤焦油蒸馏时切取的 230℃~ 300℃ 的馏分段，是煤焦油精馏过程中的重要馏分之一，早期主要用做分馏气体的洗涤溶剂，使之吸收气体中的苯、萘等物质，因此而得名。洗油中富含喹啉、异喹啉、吲哚、 α -甲基萘、 β -甲基萘、二甲基萘、茈、氧茈和茈等宝贵的精细化工原料，这些产品在有机颜料、药物、发光材料合成等方面具有广泛的应用价值。

黑色冶金行业标准《洗油 主要组分的测定 气相色

谱法》（YB/T 4930-2021）规定了适用于高温煤焦油经加工所得的洗油馏分主要组分的测定方法。

本文依据该行业标准，利用岛津 GC-2030 气相色谱仪建立洗油分析方法，实现了 12 种主要组分的分离测定。该方法操作方便，重复性好，不仅适用于洗油主要组成分析，也适用于轻质煤焦油中相关组分的分离和定量分析。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱：SH-5 30 m×0.25 mm×0.25 μ m

升温程序：95℃ (1 min) \rightarrow 5℃ /min \rightarrow 140℃ (18 min) \rightarrow 5℃ /min \rightarrow 200℃ \rightarrow 20℃ /min \rightarrow 280℃ (6 min)

载气：N₂；控制方式：恒压

压力：8.4 psi

进样口温度：300℃

进样方式：分流进样

进样量：0.5 μ L

分流比：100:1

FID 温度：300℃

■ 样品前处理

2.1 标准品的制备

在容量瓶中准确称取萘、喹啉、异喹啉、吲哚、2-甲基萘、1-甲基萘、联苯、1,3-二甲基萘、1,4-二甲基萘、茈、氧茈、茈等标准物质，称准至 0.0001 g，用丙酮按所称取标准物质总质量的 10 倍进行稀释，配制各组分的浓度接近于实际测试洗油样品中的浓度，混匀后作为标准样品使用。本次实验配制的标准样品各组分浓度列于表 1。

按照 1.3 中的分析条件和标准 YB/T 4930-2021 规定的方式计算各组分相对于萘的质量校正因子，取 5 次测定的平均值。

表 1 标准样品中各组分浓度 % (m/m)

No.	中文名称	浓度 %	No.	中文名称	浓度 %
1	萘	1.358	7	联苯	0.7542
2	喹啉	0.4278	8	1,3- 二甲基萘	0.3145
3	异喹啉	0.1511	9	1,4- 二甲基萘	0.1445
4	吲哚	0.4223	10	茚	2.037
5	2- 甲基萘	3.680	11	氧茚	0.8625
6	1- 甲基萘	1.574	12	茚	0.6391

2.2 样品制备

取洗油样品约 10 g, 加入 2 g 无水氯化钙摇动并充分混合, 静置脱水 1 小时, 然后移取中间层液体用滤膜过滤。将过滤后的洗油按 1:10 的质量比用丙酮进行稀释, 制备得到需要测定的实际洗油样品。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品色谱图

按照 1.2 方法原理和 1.3 条件分析标准样品, 其色谱图如图 1 所示, 各组分的保留时间列于表 2 中。

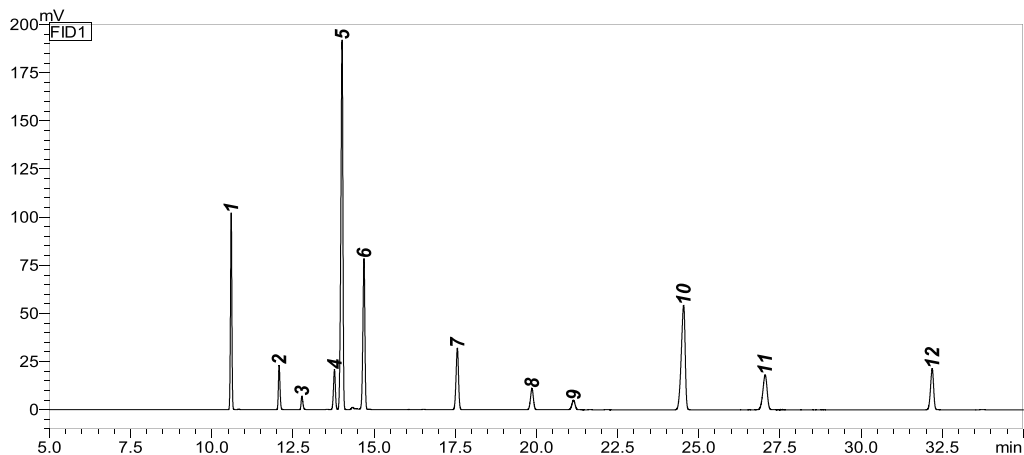


图 1 标准样品色谱图

表 2 标准样品中各组分名称、CAS 号以及保留时间

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	萘	Naphthalene	91-20-3	10.582
2	喹啉	Quinoline	91-22-5	12.061
3	异喹啉	Isoquinoline	119-65-3	12.763
4	吲哚	Indole	120-72-9	13.758
5	2- 甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	13.991
6	1- 甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	14.666
7	联苯	Biphenyl	92-52-4	17.542
8	1,3- 二甲基萘	1,3-Dimethylnaphthalene	575-41-7	19.825
9	1,4- 二甲基萘	1,4-Dimethylnaphthalene	571-58-4	21.073
10	茚	Acenaphthene	83-32-9	24.493
11	氧茚	Dibenzofuran	132-64-9	27.015
12	茚	Fluorene	86-73-7	32.164

3.2 重复性和检出限

使用 2.1 标样连续进样 6 次，考察仪器的重复性。峰面积重复性结果列于表 3 中，从表中可以看出，各组分的重复性良好，RSD 均小于 1%，计算仪器检出限 (S/N=3) 列于表 3，均小于 0.003%。

表 3 标准样品中各组分的峰面积重复性 RSD% (n=6) 及检出限

No.	中文名称	面积 RSD%	检出限 (%)
1	萘	0.65	0.0008
2	喹啉	0.67	0.0010
3	异喹啉	0.64	0.0011
4	吲哚	0.91	0.0014
5	2-甲基萘	0.61	0.0014
6	1-甲基萘	0.72	0.0012
7	联苯	0.64	0.0013
8	1,3-二甲基萘	0.62	0.0015
9	1,4-二甲基萘	0.63	0.0015
10	茚	0.59	0.0026
11	氧芴	0.61	0.0028
12	芴	0.61	0.0017

3.3 实际样品测定结果

按标准样品同样的分析条件测定 2.2 中制备的洗油实际样品，其色谱图如图 2。忽略丙酮溶剂峰，对其余所有色谱峰积分后进行校正归一化计算。重复测定两次洗油实际样品，含量结果如表 4 所示，从表中可以看出，本方法两次测定实际样品结果的差值远远小于标准 YB/T 4930-2021 规定的重复性限。

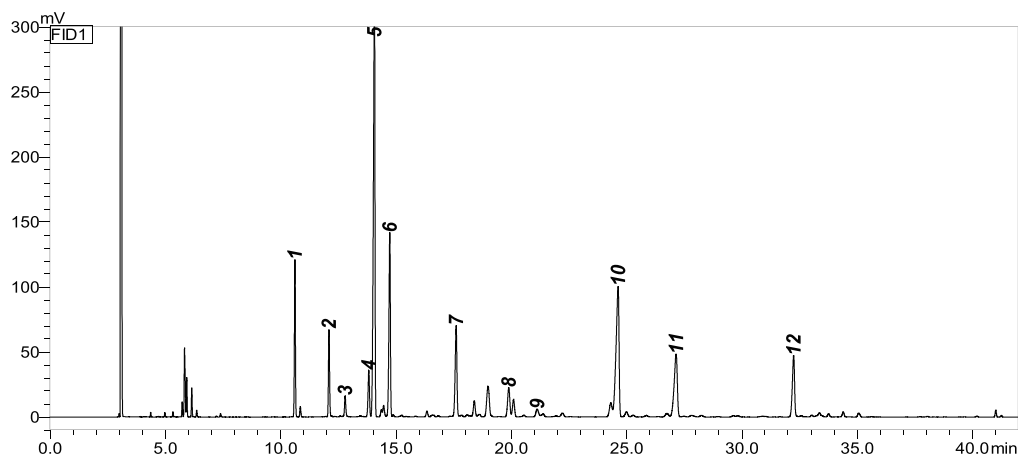


图 2 洗油实际样品色谱图

表 4 洗油实际样品中各组分测定的重复性结果

No.	组分名称	含量 (%)		两次结果差值 (%)
		第 1 次	第 2 次	
1	萘	5.218	5.218	0
2	喹啉	4.114	4.113	0.001
3	异喹啉	1.274	1.271	0.003
4	吲哚	2.505	2.503	0.002

5	2- 甲基萘	22.883	22.865	0.018
6	1- 甲基萘	9.395	9.387	0.008
7	联苯	5.535	5.528	0.007
8	1,3- 二甲基萘	2.363	2.372	0.009
9	1,4- 二甲基萘	0.712	0.713	0.001
10	芘	13.423	13.416	0.007
11	氧芴	8.015	7.999	0.016
12	芴	4.816	4.813	0.003

■ 结论

本文利用岛津 GC-2030 气相色谱仪建立了测定洗油的分析方法，实现了对洗油中 12 种主要组分的分离，采用氢火焰离子化检测器，方法灵敏，检出限 < 0.003%。洗油实际样品测定结果重复性大幅优于标准 YB/T 4930-2021 规定的重复性限，该方法可用于洗油及具有相似组成的轻质煤焦油中相关组分的分离和定量分析。

岛津应用云

