

混合烃中烯烃、芳烃的MDGC/GCMS分析

GCMS-061

摘要：混合烃组分复杂，同时含有偶数和奇数碳烃，由于相邻碳数的非正构烷烃之间在一维GC分离中存在部分组分重叠现象，因此要实现不同碳数中烯烃和芳烃的分离，MDGC/GCMS系统是个很好的选择。MDGC/GCMS使用两根不同极性的色谱柱分离样品，在第一根色谱柱中未能充分分离的组分可通过中心切割技术导入到第二根色谱柱中进一步分离，实现常规的单柱系统难以实现的高分离性能。本文采用MDGC系统对该混合烃中的烯烃和芳烃进行了分析。

混合烃组分复杂，异构体数量庞大，而且由于相邻碳数的非正构烷烃之间在一维GC分离中存在部分组分重叠现象，因此要实现不同碳数中烯烃和芳烃的分离，MDGC/GCMS系统是个很好的选择。MDGC/GCMS使用两根不同极性的色谱柱分离样品，在第一根色谱柱中未能充分分离的组分可通过中心切割技术导入到第二根色谱柱中进一步分离，实现常规的单柱系统难以实现的高分离性能。通过对相邻碳数的正构烷烃之间的组分进行多次切割，可以实现烯烃和芳烃的分析。本文采用MDGC/GCMS系统对该混合烃中的烯烃和芳烃进行了分析。

实验部分

1.1 仪器

MDGC/GCMS-QP2010

1.2 分析条件

1.2.1 一维GC的分析条件

进样口：280°C

进样方式：分流(50:1)

进样量：0.2 μ L

载气：He

载气控制：恒压186.7 kPa

色谱柱1：HP-1，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

柱温：60°C(3 min) 10°C/min 170°C 1°C/min 205°C

10°C/min 290°C(10 min)

FID温度：300°C

H₂流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气(He)流量：5 mL/min

Switching 压力：121.1 kPa

切割程序：

切割C₁₇非正构组分22.99-26.06min；26.68-27.99 min；

切割C₁₈非正构组分28.03-30.66min；31.71-32.90 min；

切割C₁₉非正构组分32.91-36.03min；37.00-38.47 min；

切割C₂₀非正构组分38.52-42.24min；42.95-50.00 min。

1.2.2 二维GCMS的分析条件

色谱柱2：Rtx-2330，60 m \times 0.32 mm \times 0.2 μ m

离子源温度：200°C

接口温度：230°C

扫描方式：SCAN

扫描范围：35-400 m/z

(1)C₁₇非正构组分切割时色谱柱2的程序升温条件：
40°C(3 min) 3°C/min 100°C(10 min) 10°C/min
210°C(10 min)

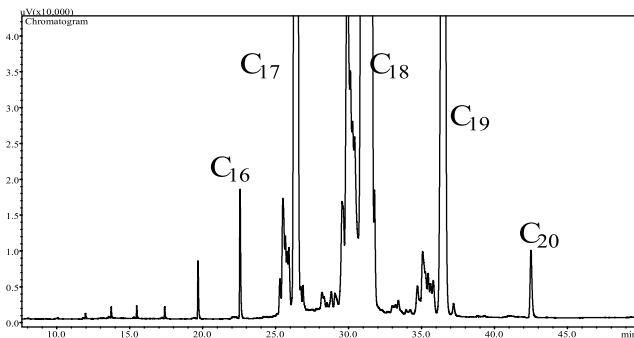
(2)C₁₈非正构组分切割时色谱柱2的程序升温条件：
40°C(3 min) 3°C/min 100°C(6 min) 0.5°C/min 110°C
10°C/min 220°C(10 min)

(3)C₁₉非正构组分切割时色谱柱2的程序升温条件：
40°C(3 min) 2°C/min 110°C(10 min) 5°C/min 140°C
10°C/min 230°C(10 min)

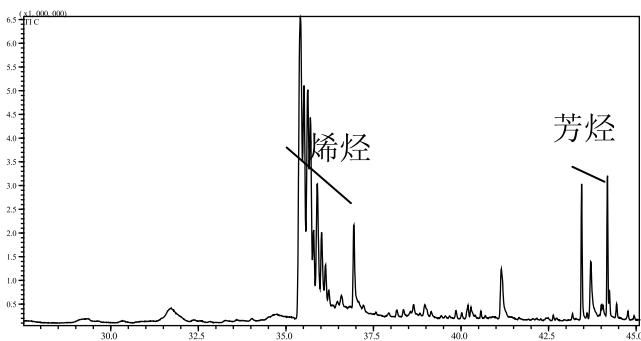
(4)C₂₀非正构组分切割时色谱柱2的程序升温条件：
40°C(3 min) 2°C/min 110°C(10 min) 5°C/min 140°C
10°C/min 230°C(10 min)

分析结果

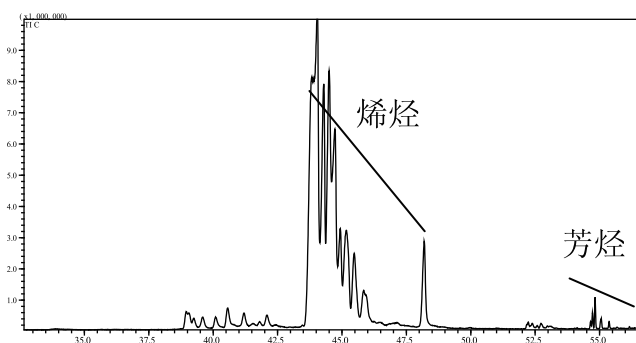
不切割时，一维GC分离谱图如下：



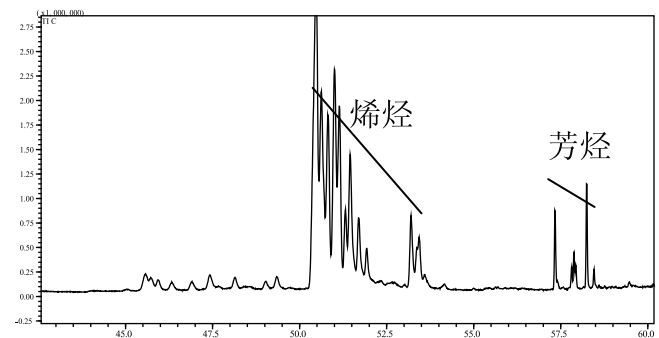
切割C₁₇非正构组分(22.99-26.06min; 26.68-27.99 min)，二维GCMS谱图如下：



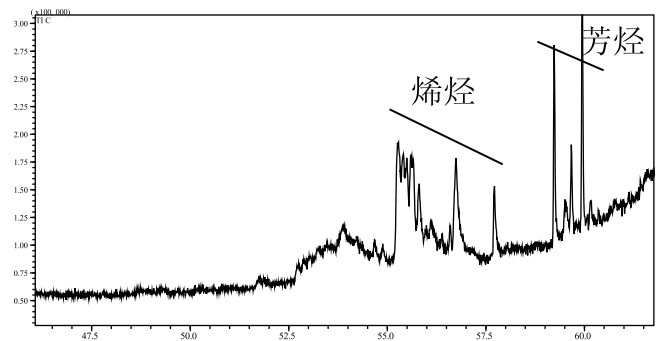
切割C₁₈非正构组分(28.03-30.66 min; 31.71-32.90 min)，二维GCMS谱图如下：



切割C₁₉非正构组分(32.91-36.03 min; 37.00-38.47 min)，二维GCMS谱图如下：



切割C₂₀非正构组分(38.52-42.24 min; 42.95-50.00 min)，二维GCMS谱图如下：



定量方法采用面积归一法，在一维分离结果中定量出同碳数异构、烯烃及芳烃的总含量，在二维分离结果中分别定量出异构、烯烃及芳烃各自所占百分含量，最终计算出样品中非正构组分总烯烃含量为6.64%，总芳烃含量为0.67%。

结论

采用MDGC/GCMS系统实现了混合烃中烯烃和芳烃的分析，可见该系统在复杂基质研究中具有优越性，在石化产品的检测中将呈现出崭新的应用前景。