

气相色谱法 (中心切割) 测定工业己烷中微量苯含量

GC-312

摘要： 本文利用含中心切割单元的岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了工业己烷中微量苯含量的测定方法。实验结果显示苯在 1~100 mg/kg 的浓度范围内线性相关系数达到 0.99998 以上，重复进样 6 次峰面积 RSD% 小于 0.3%，样品进样 1 μ L，分流比为 1:1 的条件下的最低检出限为 0.1 mg/kg。该方法简单方便，精密度高，能够准确有效的检测工业己烷中微量苯的含量。

关键词： 气相色谱仪 中心切割 己烷 苯

技术特点：

- ❖ 使用含中心切割技术的气相色谱法分析己烷中微量苯的含量，操作简单，分析周期短，有利于推广。
- ❖ 中切切割技术避免了纯己烷的基质干扰，确保了微量苯良好的分离度和高的灵敏度。

己烷是重要的工业溶剂和化工原料。在制药、精细化工及电子清洗等领域，正己烷都被广泛应用。而苯作为正己烷中典型的芳香烃杂质，不仅可能因其毒性影响产品的安全性，还可能在后续的催化反应中产生副反应、导致催化剂中毒，从而对以正己烷为介质的整个生产过程构成显著的品质与风险隐患。

根据《GB/T 17602-2018 工业己烷》的规定，苯含量（质量分数）的限量指标为不大于 10 mg/kg。然而，对于该限量级别的微量苯，常因正己烷主峰拖尾

或共流出的严重干扰，导致检测灵敏度不足或定量失真。因此，建立一种能够有效规避基质干扰、实现微量苯准确定量的分析方法具有重要的应用价值。

本文采用中心切割（Deans Switch），参照《GB/T 12688.9-2011 工业用苯乙烯试验方法 第 9 部分：微量苯的测定 气相色谱法》建立了正己烷中微量苯的测定方法。该方法有效消除了基质干扰，分离度好，灵敏度高，为精确监控正己烷产品中苯杂质含量提供了可靠的技术手段。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030

中心切割单元：HTCD-D

1.2 分析条件

色谱柱 1：DB-1 15.0 m \times 0.53 mm \times 1.5 μ m + empty column 4.0 m \times 0.32 mm色谱柱 2：DB-WAX UI 30 m \times 0.53 mm \times 0.5 μ m阻尼柱：4.0 m \times 0.32 mm柱箱温度：50 $^{\circ}$ C (6 min) 恒温载气及模式：N₂ 恒压

AUX-APC：75 kPa

进样口压力：80 kPa

检测器温度：FID 250 $^{\circ}$ C进样口温度：150 $^{\circ}$ C

氢气流量：32 mL/min

进样量：1 μ L 分流比 1:1

空气流量：200 mL/min

时间程序：1.6 min 切割，1.78 min 复位

尾吹气流量：24 mL/min

■ 标准样品准备及确定切割条件

2.1. 标准样品准备

由于色谱纯的己烷中亦含有微量的苯，所以制备己烷中微量苯标液之前需要对己烷中的苯进行去除处理。为了保证标准样品的准确性本次直接从市面上购买，所购标准样品浓度见下表 1。

表 1 标准样品信息

中文名称	标准样品 1#	标准样品 2#	标准样品 3#	标准样品 4#
己烷	溶剂	溶剂	溶剂	溶剂
苯	1.0 mg/kg	10.0 mg/kg	50.0mg/kg	100.0mg/kg

2.2 确定切割条件

2.2.1 定性用调试溶液制备

用色谱纯的己烷和苯配置己烷中苯浓度为 0.01%，1.0% 的定性用调试溶液，以这两种高低浓度的溶液进样，根基出峰情况的对比从而完成对苯的定性和切割时间的确定。

2.2.2 苯在预柱上的定性

把两个浓度的调试溶液都在不切割情况下分别进样，样品只在 FID1 上出峰，0.01% 浓度为黑色谱图，1.0% 浓度为红色谱图。谱图比较见图 1。

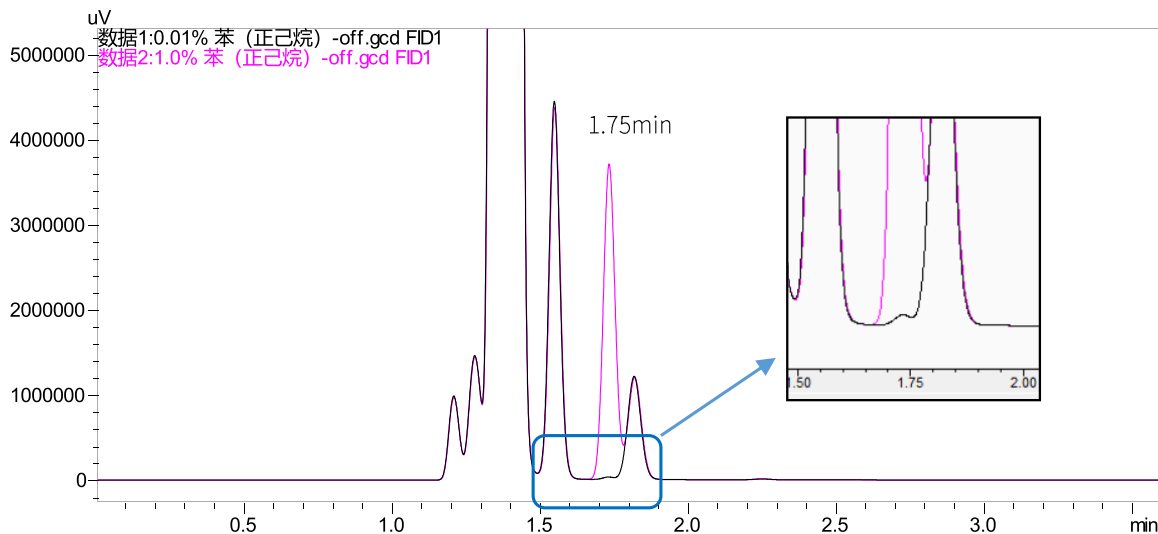


图 1 0.01% (黑色)、1.0% (红色) 调试溶液未切割 FID1 谱图比较

从图 1 上可以直观的判定出保留时间为 1.75 min 的峰为苯，而其它峰为溶剂和杂质。

2.2.3 切割时间的确定

《GB/T 17602-2018 工业己烷》中苯控制限量值为 10 mg/kg，所以选用 10 倍值的标准样品 4#（100 mg/kg）用于切割条件的调试。

结合图 1 的信息切割起始时间从 1.55 min 开始，按 0.05 min 的时间间隔逐步递增；切割截止时间从 1.82 min 开始，按 0.01 min 的时间间隔逐步递减。以 FID2 上苯峰面积最大、分离度最好时的条件为最终切割条件，通过谱图比较最终筛选出切割起始时间为 1.60 min，截止时间为 1.78 min。在此条件下的谱图见图 2 和图 3。

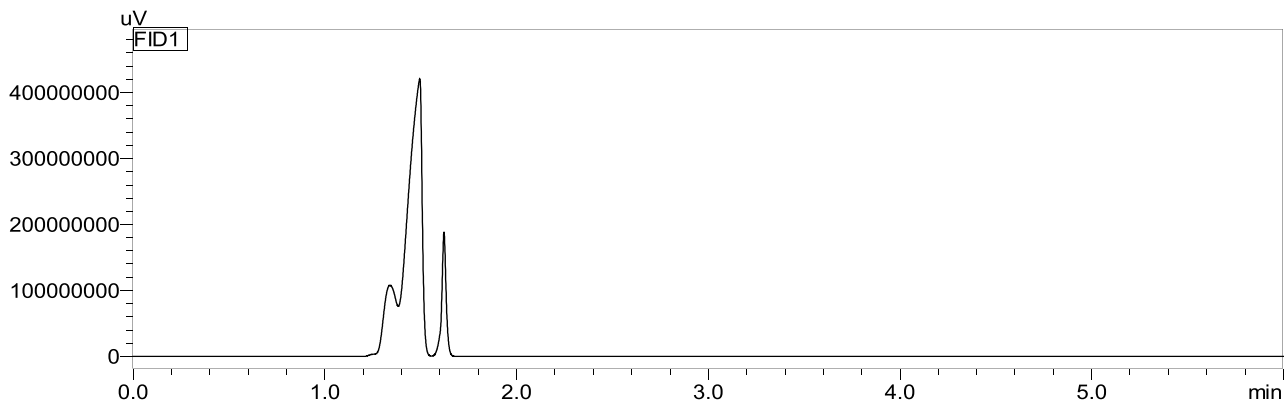


图 2 标准样品在 FID1 上溶剂己烷及其他杂质色谱图

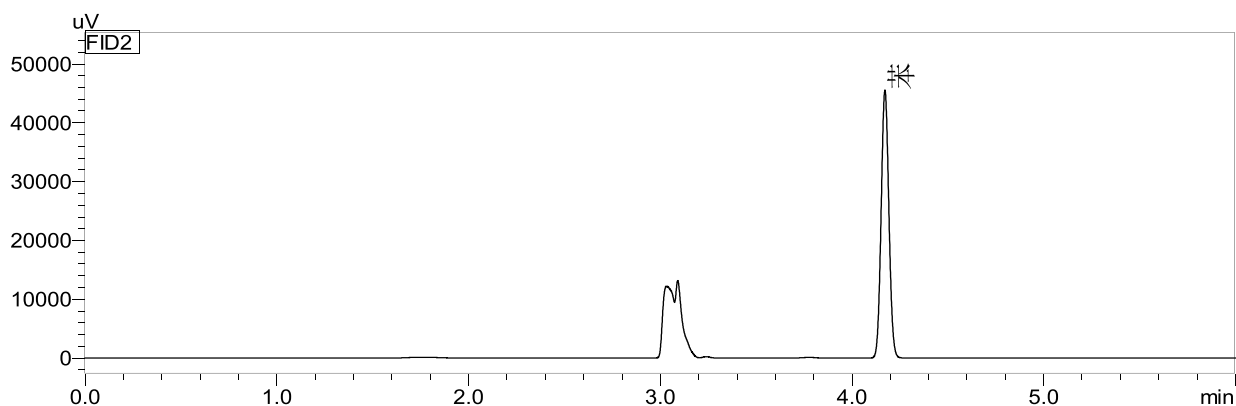


图 3 标准样品在 FID2 上苯色谱图

■ 结果与讨论

3.1 标准样品色谱图

按 1.2 的分析条件分析标准样品，详细信息如下：

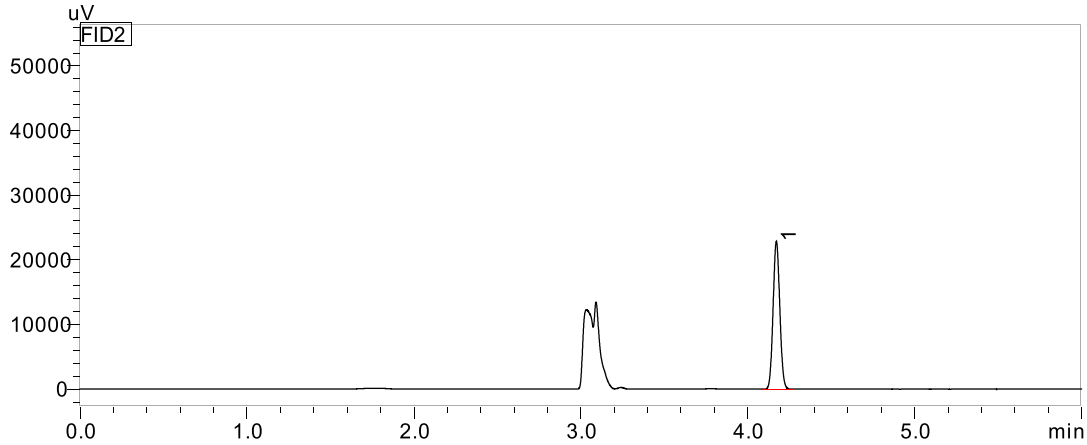


图4 标准样品在FID2上苯色谱图

表2 标准样品中目标物名称、CAS号、检测通道及保留时间

No.	中文名称	英文名称	CAS号	检测通道	保留时间 (min)
1	苯	Benzene	71-43-2	FID2	4.180

3.2 重复性

使用标准样品 2# 连续进样 6 次。目标苯的峰面积重复性结果见表 3，从表中可以看出，苯的重复性良好，RSD 为 0.28%。

表3 标准样品 2# 各组分峰面积重复性结果 (n=6)

名称	峰面积						RSD(%)
	1	2	3	4	5	6	
苯	12759	12703	12710	12755	12715	12719	0.28

3.3 标准曲线和检出限

上述 4 种浓度的标准样品按 1.2 的分析条件完成分析，外标法定量，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，如图 5 所示。根据最低浓度标准样品 1# 数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限，结果如表 4 所示。

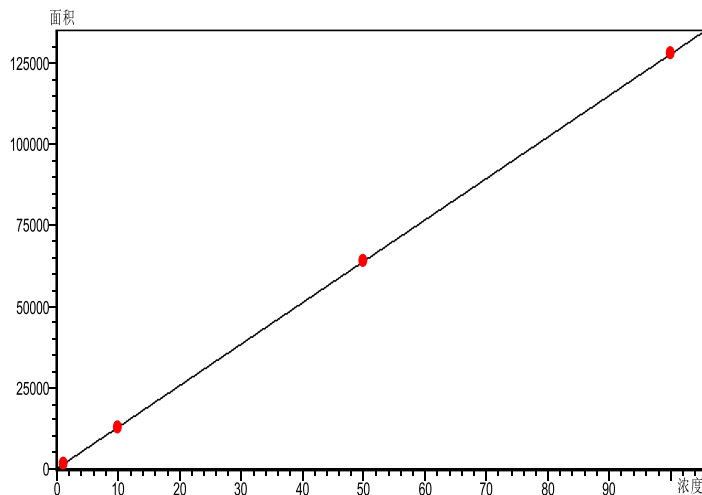


图5 苯标准曲线

表 4 己烷中苯 1~100 mg/kg 的校准曲线及检出限

No.	中文名称	线性相关系数 R^2	检出限 (mg/kg)
1	苯	0.9999	0.11

实际样品测定

用市面上购买的色谱纯己烷试剂按上述条件进行分析，样品中检出微量苯，含量为 0.386 mg/kg。两个 FID 通道上的谱图如下：

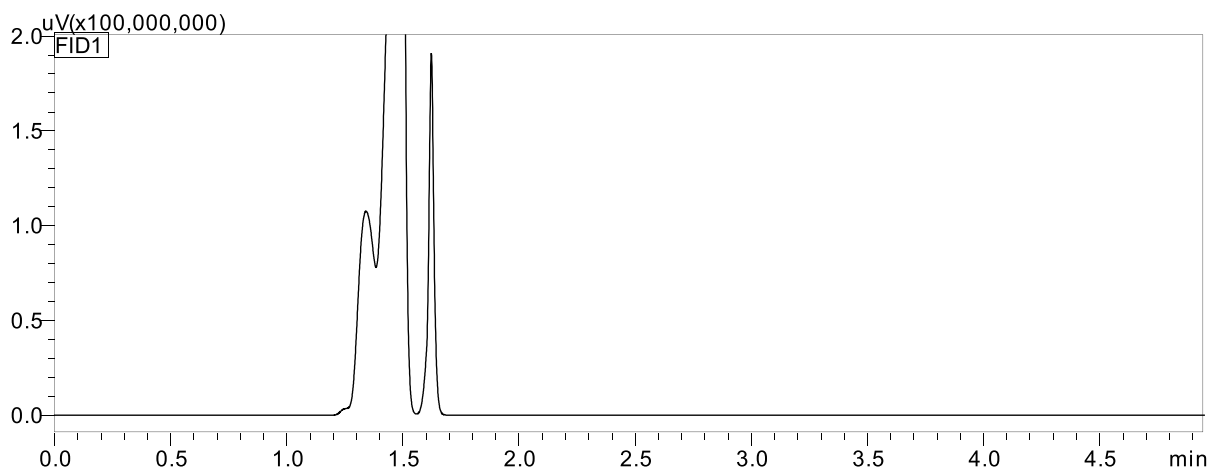


图 7 己烷样品在 FID1 上的色谱图

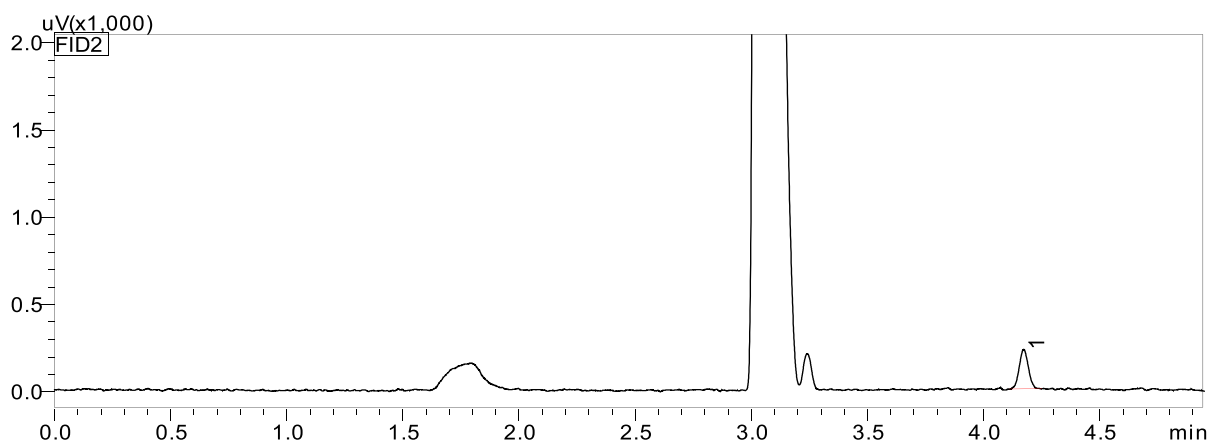


图 8 己烷样品在 FID2 上的色谱图

■ 结论

采用含中心切割单元的岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪建立了工业己烷中微量苯含量的测定方法，该方法通过中心切割单元进行柱切换技术有效消除了基质干扰，确保了苯的良好分离度和检测限。苯在 1~100 mg/kg 的浓度范围内线性相关系数达到 0.9999 以上，重复进样 6 次峰面积 RSD% 小于 0.3%，样品进样 1 μ L，分流比为 1:1 的条件下的最低检出限为 0.1 mg/kg。该方法采用多点外标法定量且分析周期只需 6 分钟，操作简单，精密度高，能够准确有效的检测工业己烷中微量苯的含量。

岛津应用云

