

# 示差折光检测器应用方案 – 石化

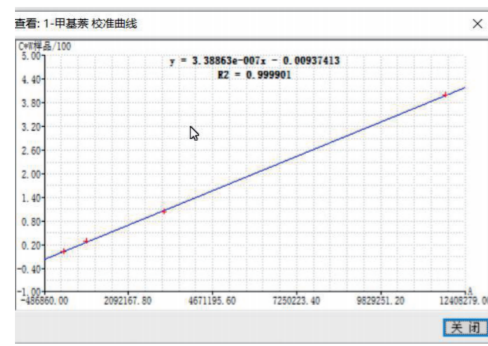
RI-P-0101

石化 – 柴油中间馏分芳烃的测定

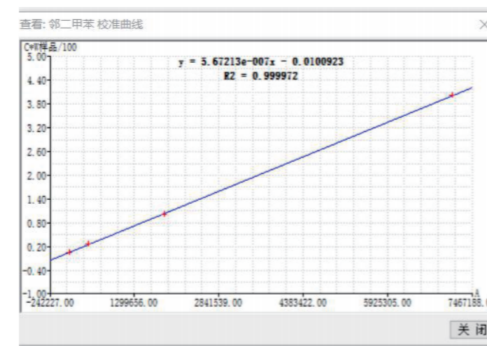


## 摘要

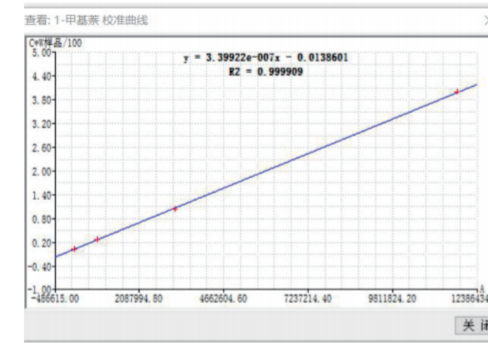
使用示差折光检测器, 参照SH/T0806-2008, 对柴油中的单环芳烃、双环芳烃、三环芳烃和多环芳烃的含量进行测定的应用方案。



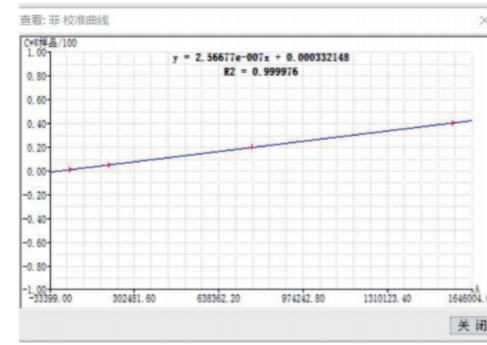
环己烷



邻二甲苯



1-甲基萘

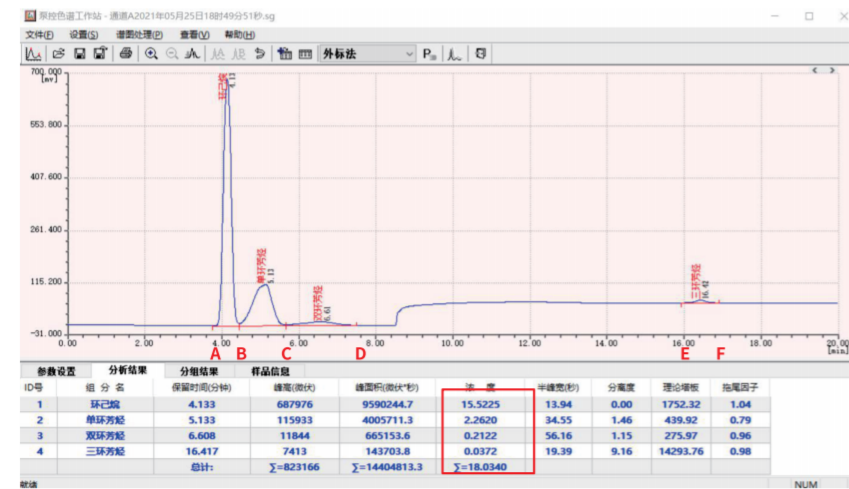


菲

## 试样分析

### 试样溶液:

使用天平称量0.9-1.1g试样, 精确到0.001g, 置于10mL容量瓶中, 用正庚烷稀释到刻度。用力振摇, 使试样溶液混合均匀, 放置10min。使用0.45μm聚四氟乙烯材质的针筒式滤膜过滤, 去除试样溶液中的颗粒物, 进样10μL。



柴油试样色谱图

如上图所示: BC为单环芳烃, CD为双环芳烃, EF为三环芳烃。

## 结论

本应用方案采用示差折光检测器, 配反冲阀, 可实现石油中间馏分中单环芳烃、双环芳烃、三环芳烃和多环芳烃的测定, 其结果满足行业标准SH/T0806-2008中的要求。



WUFENG 伍丰仪器

微信公众号



上海伍丰科学仪器有限公司

[www.wufengtech.com](http://www.wufengtech.com)

总部:

地址:上海市普陀区同普路1343弄3号楼3楼  
电话:021-52695700 52695702 52695703  
传真:021-52695698  
邮编:200333

公司网址:[www.wufengtech.com](http://www.wufengtech.com)  
企业邮箱:[service@wufengtech.com](mailto:service@wufengtech.com)  
伍丰论坛:[www.instrument.com.cn/bbs/forum\\_500.htm](http://www.instrument.com.cn/bbs/forum_500.htm)

分公司:

贸易公司:  
广州亿士科贸易有限公司  
地址:广东省广州市荔湾区花地大道中83号金昊大厦8楼802房  
电话/传真:020-29890968 020-22012998

应用技术:  
安徽皖测食品检测技术有限公司  
地址:安徽省蚌埠市高新技术开发区  
电话/传真:0552-3835800 3835855

加工中心:  
伍丰精密机械有限公司  
地址:江西省吉安市安福工业园  
电话/传真:0796-7635198

办事处:

北京办事处(北京,天津,内蒙古)  
地址:北京市丰台区方庄南路2号亚胜铂第大厦A座2011室  
电话/传真:010-57143600

成都办事处(四川,云南,贵州,重庆)  
地址:四川省成都市武侯区小天东街5号丽景天成4栋1307室  
电话/传真:028-84400584

武汉办事处(湖北,湖南,江西,陕西)  
地址:武汉市武昌区中山路317现代大厦18楼1801室  
电话/传真:027-88712112

郑州办事处(河北,河南,山西)  
地址:郑州市金水区金水路305号曼哈顿广场7-2-2418室  
电话/传真:0371-69350587

## 前言

柴油作为用量最大的燃料油之一，化学组成分析一直备受关注。一方面，环境法规要求严格控制柴油中的芳烃、多环芳烃含量，以降低对环境的污染和对人类健康的危害；另一方面，工艺研发部门也在不断地探索新的加工工艺，以降低柴油馏分中的多环芳烃含量，从而生产出满足市场需要的清洁燃料。因此，柴油组成信息对于研发新工艺和对生产过程中组成的监控、产品质量的控制等有非常重要的意义。



随着环保要求不断提高，生产清洁燃料已经引起各国重视，柴油中的芳烃含量是一项重要的控制指标。欧盟标准(EN590-2004)规定柴油中多环芳烃的含量应小于11%。ASTM、IP、GB、SH/T中均收录了芳烃含量测定的液相色谱方法。由于样品溶解性、极性等因素，多使用正相色谱对石油馏分中的单环芳烃、双环芳烃、三环芳烃和多环芳烃的测定。当含有强保留组分时，还会使用阀切换配置，实现反冲以缩短分析时间、改善峰形。

本应用方案，参照我国石油化工行业标准SH/T 0806-2008《中间馏分芳烃含量的测定示差折光检测器高效液相色谱法》，采用示差折光检测器，对柴油中的单环芳烃、双环芳烃、三环芳烃和多环芳烃的含量进行测定。

## 实验准备

### 设备：

- LC-100 高压恒流泵
- 示差折光检测器
- 柱温箱
- ARCUS 自动进样器或手动进样阀
- 自动六通切换阀或手动六通切换阀
- 氨基专用柱/硅胶专用柱
- 色谱工作站



### 溶剂和试剂：

正庚烷(流动相)，Merck, HPLC级  
异丙醇(置换溶剂)，HPLC级

### 标准品：

系统性能验证溶液 (SPS)：环己烷，10mg/mL；邻二甲苯，5mg/mL；二苯并噻吩，0.5mg/mL；9-甲基蒽0.5mg/mL

### 标准溶液：

| 标准溶液/(mg/mL) | 1  | 2  | 3   | 4   |
|--------------|----|----|-----|-----|
| 环己烷          | 50 | 20 | 5   | 1   |
| 邻二甲苯         | 40 | 10 | 2.5 | 0.5 |
| 1-甲基萘        | 40 | 10 | 2.5 | 0.2 |
| 菲 10         | 4  | 2  | 0.5 | 0.1 |

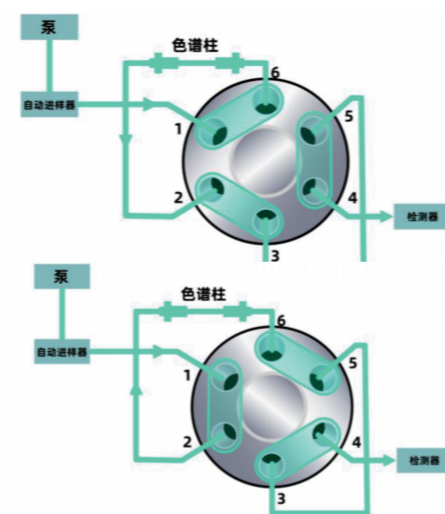
## 切换阀流路：

在操作条件稳定后(基线水平后)，进10μLSPS标准溶液，记录谱图。在计算好的反冲时间点B切换阀，改变流动相的流向，反向冲洗以便把三环\*芳烃洗脱成一尖锐的窄峰。分析完成后，将切换阀复位，使流动相回到初始流动方向，待基线稳定进行下次分析。

六通切换阀的反冲切换时间B，计算公式如下：

$$B=t_A+0.4\times(t_B-t_A)$$

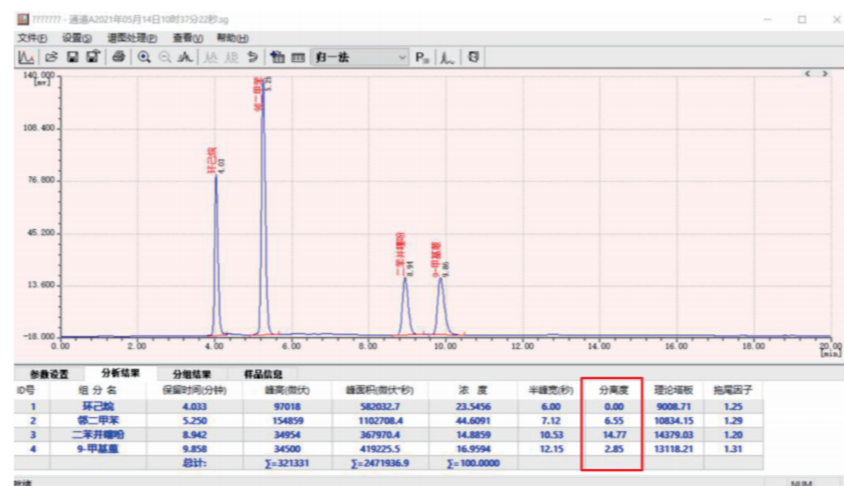
- 1、二苯并噻吩的保留时间  $t_A$ : 8.942min;
- 2、9-甲基蒽的保留时间  $t_B$ : 9.858min;
- 3、反冲时间  $B=8.942+0.4\times(9.858-8.942)=9.308$ min



## 检测方法

|         |  |
|---------|--|
| 泵       |  |
| 流速      | 0.8 mL/min   |
| 停止时间    | 20 min   |
| 流动相     | 正庚烷  |
| 进样器     |  |
| 进样体积    | 10 μL  |
| 柱温箱     |  |
| 温度      | 35 °C  |
| 示差折光检测器 |  |
| 流通池温度   | 35 °C  |
| 反冲阀     |  |
| 切阀      | 在预设时间点切换反冲阀  |
| 色谱柱     |  |
| 型号种类    | NH <sub>2</sub> 4.6*250mm, 5 μm/<br>Silica 4.6*250mm, 5 μm |

## SPS标准溶液的4个组分达到基线分离：

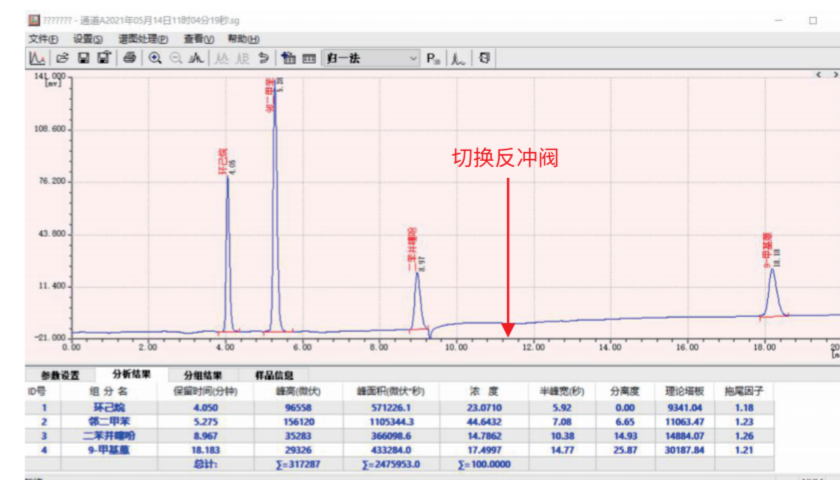


SPS 标准溶液谱图

4个组分的分离度均>1.5, 达到基线分离, 满足要求。

环己烷和邻二甲苯的分辨率≥5, 满足分析要求。

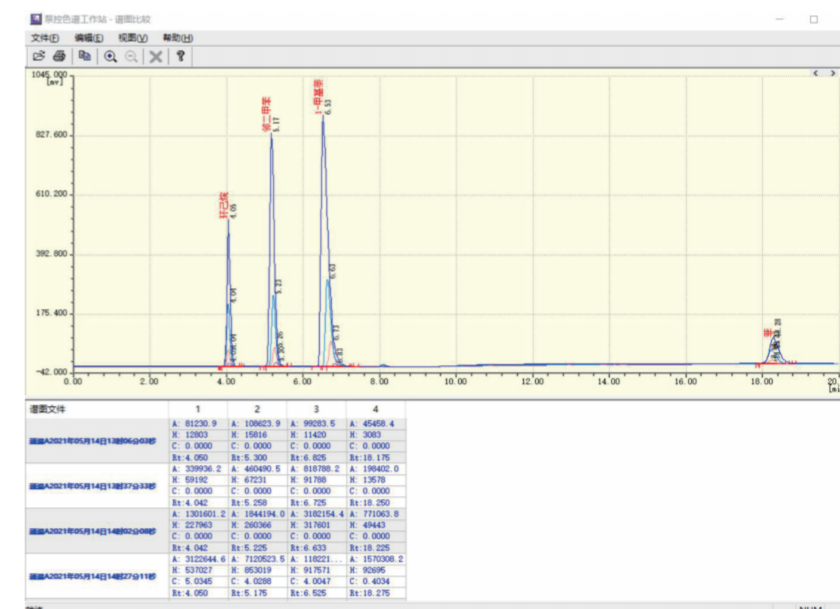
## 在预设时间点实现反冲：



SPS 标准溶液反冲谱图

## 标准曲线

基线平衡之后，依次将10μL的标准溶液1、2、3、4，注入系统，到达反冲时间B时，切换反冲阀，得到不同浓度的标准溶液谱图。每次分析完成后，要将切换阀复位，并继续平衡系统，至基线稳定后再进下一针。



## 标准曲线制作：

根据标准溶液A、B、C、D的谱图，使用外标法，以各组分的浓度(g/100mL)对峰面积作图，制作标准曲线，标准曲线满足标准要求。

|       | 线性相关系数 | 截距         | 是否符合要求 |
|-------|--------|------------|--------|
| 环己烷   | 0.9999 | -0.0093741 | 是      |
| 邻二甲苯  | 0.9999 | -0.0100923 | 是      |
| 1-甲基萘 | 0.9999 | -0.0138601 | 是      |
| 菲     | 0.9999 | 0.0003321  | 是      |