

Ultimate 3000 液相分析柴油中多环芳烃含量

郑喆 沈国滨 曹建明

赛默飞世尔科技（中国）有限公司色谱质谱部

摘要

本文基于赛默飞 Ultimate 3000 液相色谱平台针对柴油样本中 PAHs 建立了标准检测方法。PAHs 在其适宜的浓度范围内线性关系良好（环己烷：0.0998-5.4019 g/100mL，相关系数 >0.9999989；邻二甲苯（代表单环）：0.0582-4.0505 g/100mL，相关系数 >0.9999999；1-甲基萘（代表双环）：0.0242-3.9954，相关系数 >0.9999998；菲（三环级以上）：0.0107-0.4030，相关系数 >0.9999609），五次 SPS 连续进样峰面积重现性 RSD0.14%~0.59% 满足规定的检测要求，运用本方法对柴油样本中 PAHs 检测具有指导意义。

关键词

柴油，多环芳烃，PAHs，反冲，阀切换，正相，0806

1、前言

油品行业专家指出，柴油中的多环芳烃含量会直接影响颗粒物排放，多环芳烃越高，柴油燃烧排放的颗粒物数量也越多。多环芳烃是强致癌物，这使得排放污染物的毒性也越大，因此降低柴油中的多环芳烃含量对改善环境空气质量有重要意义。

参考中国石化行业标准《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》对客户提供的某柴油样品中芳烃含量进行测定。

2. 实验部分

2.1 仪器与试剂

2.1.1 Thermo Fisher Ultimate 3000 高效液相色谱仪，泵：LPG-3400SDN Pump，自动进样器：WPS-3000SL，柱温箱：TCC-3000RS，检测器：ERC-RefractoMax521，色谱软件：变色龙 Chromeleon 7.2

2.1.2 试剂、标品（正庚烷（色谱纯），系统性能验证标准溶液（SPS）：环己烷、邻二甲苯、二苯并噻吩、9-甲基蒽；工作曲线标准溶液：环己烷、邻二甲苯（代表单环）、1-甲基萘（代表双环）、菲（代表三环及以上）

2.2 化合物信息及溶液配制详情，见表 1

2.3 色谱条件

色谱柱：Waters spherisorb 3 NH2（250×4.6mm）

柱温：35℃；

进样量：5 μL；

表 1. 标准工作溶液配制表

Name	Level “1”	Level “2”	Level “3”	Level “4”	Conc.Unit
环己烷	5.401900	2.086400	0.509500	0.099800	g/100mL
单环	4.050500	1.004700	0.256800	0.058200	g/100mL
双环	3.995400	1.010600	0.508800	0.024200	g/100mL
三环及以上	0.403000	0.207100	0.051600	0.010700	g/100mL

流动相：正庚烷，等度，流速：1.0 mL/min。

反冲时间程序：详见表 2。

表 2. 反冲阀切换程序设置

No	Time	ValveRight
1	{Initial Time}	6_1
2	7.900	1_2
3	20.000	6_1

3. 实验结果与讨论

3.1 系统性能验证实验

采用非反冲分析方法，SPS 性能验证溶液 4 个色谱峰分离度非常好，图 1 为连续五针 SPS 溶液进样叠图，重现性数据详见表 3。

	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
环己烷	0.08	0.14
邻二甲苯	0.12	0.14
二苯并噻吩	0.33	0.59
9- 甲基蒽	0.5	0.33

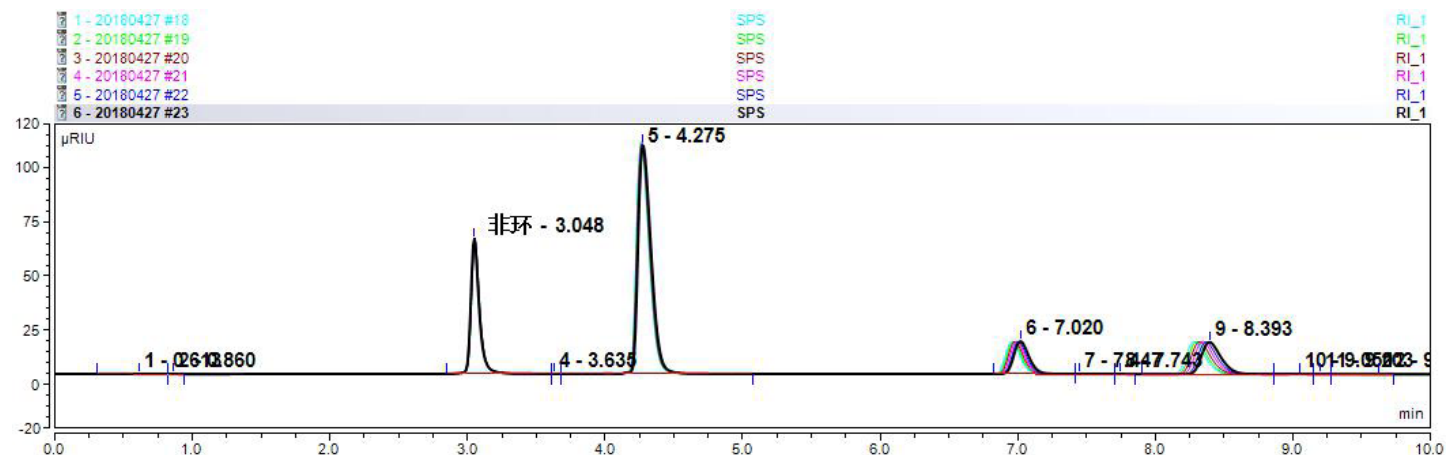


图 1. 五针 SPS 溶液进样叠图

3.2 线性范围测试

采用上述仪器分析方法，对环己烷、邻二甲苯（代表单环）、1- 甲基萘（代表双环）、菲（代表三环及以上）进行线性范围测试，线性相关系数 r^2 均大于 0.9999，线性关系良好。标准工作曲线线性叠图见图 2，线性范围、线性相关系数、线性方程等结果见表 4。

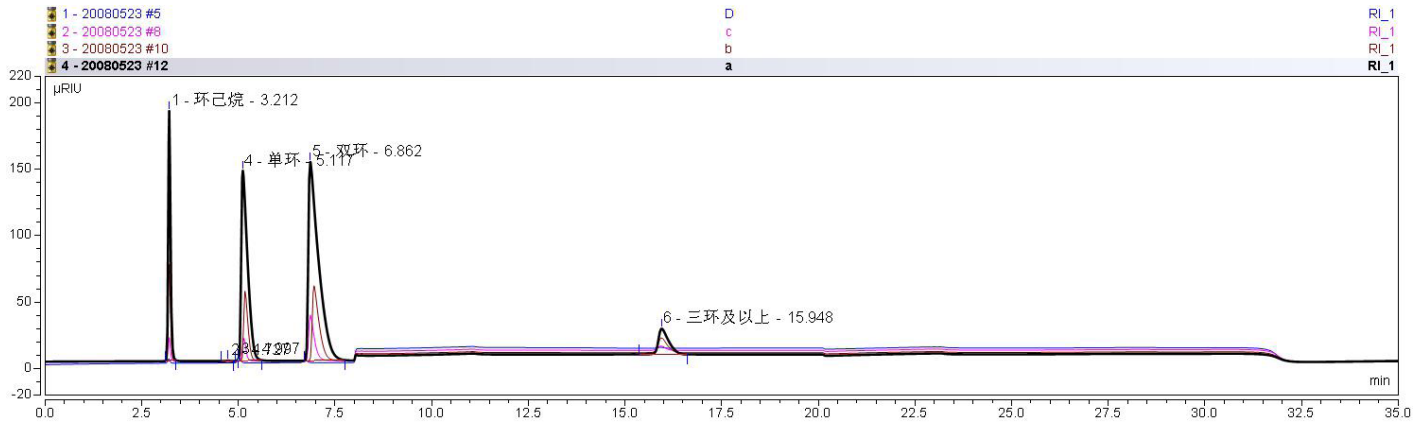


图 2. 标曲线性叠图(4个浓度点)

峰名称	保留时间 min	校正类型	评估类型	数据点数目	相对校准偏差 %	判定系数	C0 (截距)	C1 (截距)	C2 (截距)
环己烷	3.212	Lin, WithOffset	Area	4	0.1562	1.00000	-0.0187	2.3480	0.0000
单环	5.117	Lin, WithOffset	Area	4	0.0456	1.00000	0.0007	6.6681	0.0000
双环	6.862	Lin, WithOffset	Area	4	0.0618	1.00000	-0.0060	11.3842	0.0000
三环及以上	15.948	Lin, WithOffset	Area	4	0.8167	0.99996	-0.0162	14.8578	0.0000

表 4. 标曲线性范围、线性相关系数等

3.3 样品测试

利用 Ultimate3000 HPLC 和示差折光检测器，参考中国石化行业标准《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》，可以对柴油中多环芳烃含量进行分析对，效果良好。

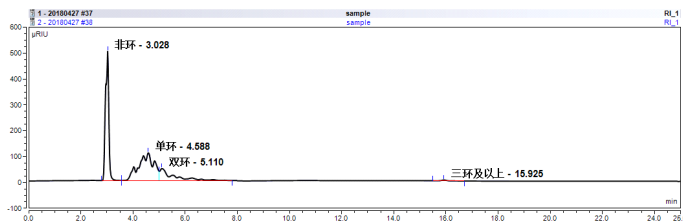


图 3. 样品叠图 (n=2)

表 5. 样品重现性数据 (n=2)

	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
非环	0.08	0.04
单环	0.15	0.08
双环	0.16	0.08
多环	0.00	0.53



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
和质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermoFisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC