

用气相色谱法和有效碳数测定单环芳烃中痕量杂质的标准试验方法（ASTM D7504）

关键词：杂质，单环芳烃，碳数

介绍

SCION（赛里安）提供了通过气相色谱法和有效碳数法测定单环芳烃中微量杂质的解决方案。

生产后的产品可能含有杂质。ASTM D7504 描述了苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、间二甲苯和苯乙烯中总非芳香烃、单环芳香烃的测定。这种方法同时可以计算出这些成分的纯度。

本应用适用于 SCION（赛里安） 4X6 和 8X00 GC 平台，图 1 显示了 SCION 8X00 GC 平台。



图1 SCION(赛里安)
8300GC、8500 GC 平台配 8400PRO 自动进

结果与讨论

ASTM D7504 是一种测定苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、间二甲苯和苯乙烯中非芳香烃、单环芳香烃的纯度和总量的方法。

生产后的产品可能含有微量杂质，这种分析可以确定这些碳氢化合物杂质的类型和数量。

该方法对甲苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、乙苯、苯、苯乙烯等杂质的检出限为 0.0002 % (质量)，定量限为 0.0006 % (质量)。此测试方法适用于设定杂质规格和内部质量控制使用。

产品中可以发现的典型杂质有：烷烃(1 ~ 10 个碳原子)、苯、甲苯、乙苯、二甲苯和芳香烃(>9 个碳原子)。

在乙苯或对二甲苯分析时，可能出现对二甲苯、乙苯和间二甲苯不能够完全分离。根据 ASTM D7504，当观察存在干扰时，当基线到两个峰之间的山谷的距离不大于峰高的 50%时，可以认为分离足够，根据两个峰中最低的那个峰确定。

另外，需要确认各组分的保留时间。

表一 分析条件

进样口	新生
色谱柱	SCION-WAXMS
柱温	60°C (10 min), 5°C/min 到 150°C (10min)
载气	氦气
柱流量	1.5ml/min(恒流)
检测器	FID: 空气 300ml/min 氦气 30 ml/min 尾吹 28 ml/min
进样量	0.6µl
自动进样器 软件	8400Pro Compass CDS

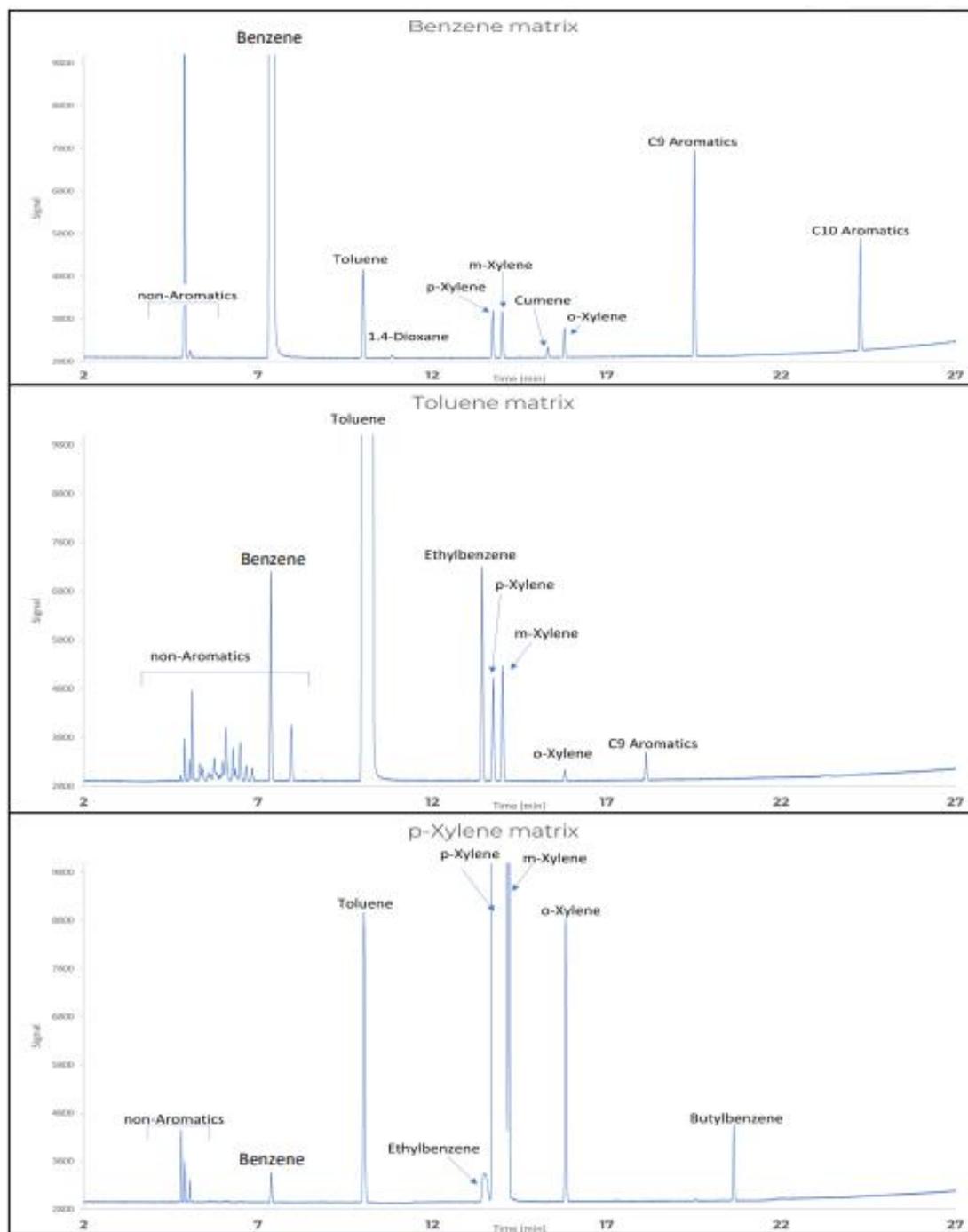
该方法使用有效碳数 (ECN) 校正因子测量和校正各成分的峰面积。每种成分的浓度根据其调整后的总面积的相对百分比计算，并归一化为 100.0000%。

通过将标准样品进样 10 次，测试了 7 种成分的重复性。表 2 中的结果显示了良好的重复性，符合 ASTM D7504 的要求。

表 2 连续 10 次标样的重复结果

	非芳烃	苯	甲苯	乙苯	对二甲苯	间二甲苯	邻二甲苯
1	30819638	3389198	8039961	244212	223486	525397	297873
2	30884288	3427785	8122913	245452	225638	530388	299355
3	30691867	3376218	8028118	242002	223163	524414	295169
4	30659281	3368571	7997231	239844	222121	521916	292517
5	30550260	3361696	7972463	238071	220905	519089	291257
6	31115455	3421501	8109568	241633	224984	528925	294970
7	30782617	3388238	8030176	238388	222638	523070	291161
8	31032004	3406368	8109812	240582	225248	529281	293952
9	30653647	3363272	8011797	236946	222246	522349	291005
10	30882127	3397718	8078566	237804	223557	525068	290279
Rsd %	0.55	0.65	0.61	1.12	0.65	0.66	1.00

表 2 不同基体样品的分析谱图示例.



对二甲苯的样本计算,这些结果如表 3 所示。

表 3 对二甲苯的实例结果

	%(质量)
非芳	0.0084
苯	0.0028
甲苯	0.0353
乙苯	0.0095
对二甲苯	99.7877
间二甲苯	0.1212
邻二甲苯	0.0282
丁苯	0.0068

结论

SCION 8X00-GC 分析仪能够完全分析单环芳烃中的痕量杂质, 具有出色的重复性和符合 ASTM D7504。

虽然本应用说明中没有显示 4X6-GC 系列, 但可以在 SCION 4X6 GC 系列上执行此分析。