

高纯正庚烷和异辛烷纯度测定法
(毛细管色谱法)

UDC 665.546.2
: 543.06

GB 8120-87

High-purity n-heptane and isooctane —
Determination of purity —
Capillary gas chromatography

本方法适用于分析高纯正庚烷和异辛烷(2, 2, 4-三甲基戊烷), 其纯度大于99.5% (体积)。正庚烷和异辛烷是测定燃料油辛烷值的主要标准油。本方法也可检测浓度小于0.01%的烃类杂质组分。

1 方法概要

试样注入长50米, 内径0.25毫米涂有OV-101的弹性石英毛细管色谱柱中, 试样在载气携带下经过柱子, 并被分离成单个组分, 每个组分从柱后馏出, 进入氢火焰离子化检测器检测, 色谱峰记录在数据处理器上。以环己烷作内标, 测得各烃类杂质组分的体积百分数后, 用差减法得到正庚烷和异辛烷的纯度。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 色谱仪: 色谱仪应具有可安装毛细管柱、分流及尾吹装置, 并附有氢火焰离子化检测器(FID)、放大器及数据处理系统。仪器的灵敏度, 对于0.1% (体积) 环己烷/正庚烷的浓度, 环己烷色谱峰的峰高在记录纸上应有满量程的十分之一。

2.1.2 微量注射器: 1.0和50微升。

2.1.3 移液管: 20毫升。

2.1.4 容量瓶: 50毫升。

2.1.5 毛细管柱: 弹性石英毛细管柱, 长50米, 内径0.25毫米, 或能达到相同效果的其他毛细管柱。

2.2 材料

普通空气、氢气及高纯氮。

3 试剂

3.1 二氯甲烷: 分析纯。

3.2 环己烷: 纯度大于99.5% (体积) 用作内标。

3.3 固定液: OV-101。

4 色谱柱的制备和色谱操作条件

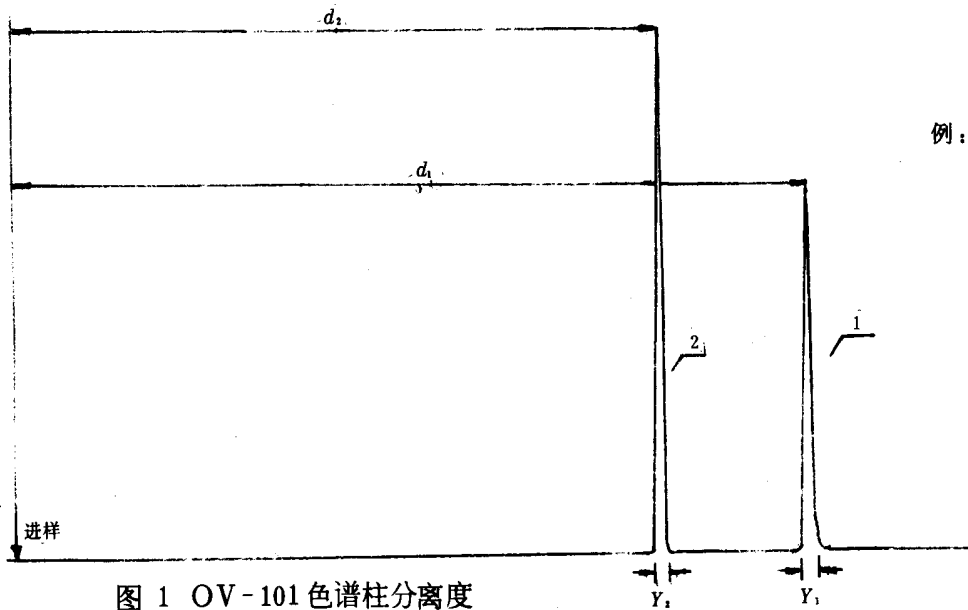
4.1 用静态法制备的弹性石英毛细管色谱柱, 内壁涂渍OV-101固定液, 经280℃老化8小时后的色谱柱即可用于测定分离度。

4.2 分离度的计算: 在选定的色谱条件下, 分离环己烷和正庚烷。其分离度(R)见图1, 必须优于10。 R 按式(1)计算:

$$R = 2 (d_1 - d_2) / (Y_1 + Y_2) \dots\dots\dots (1)$$

式中: d_1 ——正庚烷保留时间, 秒;
 d_2 ——环己烷保留时间, 秒;
 Y_1 ——正庚烷色谱峰在基线上的峰宽, 秒;
 Y_2 ——环己烷色谱峰在基线上的峰宽, 秒。

4.3 色谱操作条件: 所选择的色谱操作参数见表 1。



例: $R = \frac{2 (d_1 - d_2)}{Y_1 + Y_2}$
 $= \frac{2 (10.65 - 8.65)}{0.2 + 0.2}$
 $= 10$

图 1 OV-101 色谱柱分离度
 1 - 正庚烷; 2 - 环己烷

表 1 色谱操作参数

柱长, 米	50	载气 氮气	压力, 帕	1.4×10^5
柱内径, 毫米	0.25		线速, 厘米/秒	12
柱温, $^{\circ}\text{C}$	40			
检测器温度, $^{\circ}\text{C}$	150	燃气 氢气	压力, 帕	1.4×10^5
			流量, 毫升/分	30
汽化室温度, $^{\circ}\text{C}$	150	助燃气 空气	压力, 帕	2.1×10^5
			流量, 毫升/分	500
进样量, 微升	0.15 ~ 0.20	尾吹气氮气	流量, 毫升/分	30
分流比	200 : 1	纸速	厘米/分	1

5 内标配制

把15~20毫升标准燃料油(正庚烷或异辛烷)放在预先称重的50毫升容量瓶中,称重。再用50微升的注射器取50微升环己烷加入装有正庚烷(或异辛烷)的容量瓶中,再称重。用正庚烷(或异辛烷)稀释到刻度,称重。配样时称准至0.0002克。由环己烷、正庚烷(或异辛烷)的重量和密度按式(2)计算内标环己烷体积百分数至0.001。在20℃下,环己烷、正庚烷、异辛烷的密度分别为0.7786、0.6838和0.6919克/厘米³。

内标环己烷体积百分数 V_s 按式(2)计算:

$$V_s = \left[\frac{W_1}{\rho_1} / \frac{W_2}{\rho_2} \right] \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: W_1 ——环己烷重量,克;

W_2 ——正庚烷(或异辛烷)重量,克;

ρ_1 ——环己烷密度,克/厘米³;

ρ_2 ——正庚烷(或异辛烷)密度,克/厘米³。

6 试验步骤

6.1 按4.3操作参数调节色谱操作条件,待条件稳定后,注入试样0.15~0.20微升。

6.2 在正庚烷、异辛烷试样中存在的各种烃类杂质组分,可在相同的色谱条件进行色谱分析,以相对保留时间定性。附录A、B是标准正庚烷和异辛烷色谱分析的典型色谱图。

表2是在40℃下各种烃类组分在涂有OV-101的弹性石英毛细管色谱柱上相对保留时间(正庚烷=1.00)。

表3是正庚烷和异辛烷中常见的主要杂质组分。

7 计算

7.1 由数据处理系统得到内标和各杂质峰的峰面积,其结果以体积百分数计算。

7.2 每个烃类杂质组分体积百分数 V_i 按式(3)计算:

$$V_i = \frac{V_s \times P_{Ai}}{P_{As} \times S_i (100 - V_s)} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: V_s ——内标环己烷体积百分数, %;

P_{Ai} ——所测定杂质组分的峰面积;

P_{As} ——内标环己烷的峰面积;

S_i ——所测定组分每单位体积中相对于环己烷的响应值。

7.3 表4是各种轻烃组分每单位体积相对于环己烷在FID上的响应值。

7.4 加和各杂质组分的体积百分数,然后用差减法计算出正庚烷和异辛烷的体积百分浓度。