

气相色谱法测定轻苯干点

薛笑莉

王晓红 吉亚社

(华北工学院分院化学工程系,太原 030008) (山西神州煤电焦化股份有限公司焦化厂,太原 030024)

摘要 研究用气相色谱法代替蒸馏法测定不含萘的轻苯干点。轻苯中1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯和茛的色谱峰高之和与轻苯的干点呈线性关系,回归方程为 $Y=0.5215X-69.2954$,线性范围为130~153℃,相关系数为 $r=0.9997$ 。该方法的相对标准偏差为3.98%;经 F 检验和 t 检验证明,该方法与蒸馏法测定结果无显著性差异。

关键词 气相色谱法 轻苯干点 测定

轻苯是苯、甲苯、二甲苯、三甲苯、茛等物质的混合物,对它进行深加工,将得到苯等各种纯物质。轻苯的技术指标主要是密度和干点(即取样量为100 mL,馏出量为96 mL时的温度),轻苯密度的测定方法比较简单,用密度计即可测定。轻苯干点的测定,通常采用蒸馏法,该法是测定轻苯干点最为准确的方法,但是它具有操作复杂、分析周期长、操作工艺难以控制、稍有漏气以及煤气流量太大或太小都会影响分析结果等缺点。因此,笔者对气相色谱法代替蒸馏法测定轻苯干点进行了探讨。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

气相色谱仪:SP1490型,惠普上海分析仪器有限公司;

色谱固定液:阿匹松L,上海化学试剂厂;

色谱载体:6201红色载体,180~250 μm,大连艺秀分子筛催化剂有限公司;

轻苯样品:密度为0.870~0.880 g/mL,馏出量96%温度不高于150℃。

1.2 仪器工作条件

色谱柱:2 m×3 mm i. d.;柱温:150℃;气化室温度:200℃;检测室温度:180℃;载气:氮气,流速为30 mL/min;空气流速:300 mL/min;氢气流速:30 mL/min;量程:8;进样量:1 μL。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

选择不同干点的轻苯作标准样品,130~140℃选择3~4个,140~150℃选择6~7个,150~160℃选择2~3个。先用蒸馏法测出干点,再将此标准样品注入气相色谱仪中,待所有色谱峰出完后,测量1,2,4-三甲苯、1,3,5-三甲苯和茛的色谱峰高之和(三峰高之和),三峰高之和与轻苯干点见表1。以三峰高之和为纵坐标、轻苯干点为横坐标,绘制标准

曲线,得线性回归方程为: $Y=0.5215X-69.2954$,相关系数 $r=0.9997$ 。

表1 三峰高之和与轻苯干点

试验序号	1,2,4-三甲苯峰高/cm	1,3,5-三甲苯峰高/cm	茛峰高/cm	三峰高之和/cm	蒸馏干点/℃
1	0.4	0.2	0	0.6	134
2	0.5	0.5	0.2	1.2	135
3	0.7	0.8	0.2	1.7	136
4	1.1	0.9	0.2	2.2	137
5	1.3	1.0	0.3	2.6	138
6	1.3	1.5	0.8	3.6	140
7	1.8	2.0	0.8	4.6	142
8	1.3	1.7	1.3	4.3	141
9	2.9	3.1	0.6	6.6	145.5
10	3.2	3.8	0.9	7.9	148
11	3.5	4.1	0.8	8.5	149
12	2.7	3.9	2.6	9.2	150.5
13	2.7	4.1	2.7	9.5	151
14	3.3	3.9	3.0	10.2	152.5

2.2 萘的影响

通过试验发现,当轻苯的密度大于0.880 g/mL时,则在茛峰之后出现萘峰,此时由色谱法测得的轻苯干点与蒸馏法差别较大,如表2所示,原因是当有萘峰出现时,1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯和茛的色

表2 有萘峰时色谱法与蒸馏法测得的轻苯干点

试验序号	萘峰高/cm	色谱法干点/℃	蒸馏法干点/℃	轻苯干点差值/℃
1	0.3	143.5	153.5	10
2	0.1	143.5	145.5	2.0
3	0.3	138.0	158.5	20.5
4	1.0	138.0	145.5	7.5
5	1.0	158.0	172.8	14.8
6	0.3	151.0	193.5	42.5
7	0.3	158.0	203.5	45.5
8	0.3	147.5	195.5	48.0
9	1.3	141.0	155.5	14.5
10	1.1	144.0	153.0	9.0

收稿日期:2002-04-28

谱峰高之和与轻苯干点不呈线性关系。

2.3 比对试验

将仪器调试在绘制标准曲线的条件下,把轻苯样品注入气相色谱仪,当色谱峰出完后,测量气相色谱图中1,2,4-三甲苯、1,3,5-三甲苯和茚的色谱峰高并求出三峰高之和,由回归曲线方程计算出轻苯干点,与蒸馏法测得的轻苯干点相比较,结果见表3,统计结果^[1,2]见表4。

表3 轻苯干点色谱法与蒸馏法测定结果 $^{\circ}\text{C}$

蒸馏法	色谱法	差值(d)	蒸馏法	色谱法	差值(d)	蒸馏法	色谱法	差值(d)
140.5	141.5	1.0	133.5	136.5	3.0	134.5	136.5	2.0
141.5	140.0	-0.5	138.5	139.5	1.0	143.5	140.5	-3.0
138.5	138.0	-0.5	138.0	138.0	0	142.5	139.5	-3.0
142.5	142.0	-0.5	137.5	138.5	1.0	144.5	145.5	1.0
135.5	138.5	3.0	142.0	141.5	-0.5	136.5	138.5	2.0
139.5	138.0	-1.5	132.5	135.5	3.0	134.0	136.0	2.0
131.5	135.0	3.5	134.5	136.5	2.0	135.0	137.0	2.0
144.5	141.0	-3.5	137.5	136.5	-1.0	137.5	138.5	1.0
142.5	139.5	-3.0	139.5	139.0	-0.5	136.0	136.0	0
142.0	139.5	-2.5	141.0	140.0	-1.0	143.0	141.5	-1.5
141.0	139.5	-1.5	138.0	138.0	0	139.0	137.5	-1.5
137.0	137.0	0	147.0	146.5	-0.5	145.5	143.5	-2.0
150.5	151.5	1.0	149.0	147.5	-1.5	147.0	145.0	-2.0
149.5	148.0	-0.5	156.5	156.0	-0.5	139.0	137.0	-2.0
143.0	141.0	-2.0	149.0	148.5	-0.5	151.5	151.0	-0.5
148.5	148.0	-0.5	149.0	147.0	-2.0	148.5	148.5	0
145.0	144.0	-1.0	141.0	138.0	-3.0	150.0	149.5	-0.5
142.0	140.0	-2.0	145.0	145.0	0	149.5	149.5	0
148.0	145.5	-2.5	148.5	151.5	3.0	150.0	147.5	-3.0
150.0	153.0	2.5	149.5	151.0	1.5	146.0	143.5	-2.5
145.0	143.5	-1.5	155.5	156.5	1.0	149.5	151.5	2.0
154.5	152.5	-2.0	152.5	149.5	-3.0			

表4 色谱法与蒸馏法测定轻苯干点统计结果

项目	蒸馏法	色谱法
平均值/ $^{\circ}\text{C}$	143.23	142.87
相对标准偏差/%	4.24	3.98
F		1.14
$F_{0.05,64,64}$		1.67
t		1.51
$t_{0.05,64}$		1.96

由表4的统计结果可知, $F < F_{0.05,64,64}$, $t < t_{0.05,64}$ 。说明两种方法的测定结果在置信度为95%时不存在显著性差异,可以用气相色谱法代替蒸馏法测定轻苯干点。

3 结论

(1) 在没有萘峰出现的情况下,可用气相色谱法代替蒸馏法测定轻苯干点,用于轻苯质量控制。如果轻苯中有萘峰出现,则不能使用气相色谱法,必须用蒸馏法。建议在轻苯密度大于0.880 g/mL时用蒸馏法测定。

(2) 用气相色谱法测定轻苯干点时,标准曲线使用一段时间以后,由于仪器操作条件的变化会出现偏差,应定期校准曲线,定期配置标准样品。

参考文献

- 1 陈培榕,等. 现代仪器分析实验与技术. 北京:清华大学出版社,1999.
- 2 钟佩珩,等. 分析化学. 北京:化学工业出版社,2001.

DETERMINATION OF THE FINAL BOILING POINT OF THE LIGHT BENZENE BY GAS CHROMATOGRAPHY

Xue Xiaoli

(Dept. of Chemical Engineering, College Attached to North China Institute of Technology, Taiyuan 030008, China)

Wang Xiaohong, Ji Yazhi

(Coking Plant of Shenzhou Coal, Electricity and Coking Limited Company of Shanxi, Taiyuan 030024, China)

ABSTRACT The determination of the final boiling point of the light benzene by gas chromatography was studied when there was no naphthalene in the products. The total peak height of mesitylene, 1,2,4-trimethylbenzene and indene was proportional to the final boiling point of the light benzene. The regression equation is $Y = 0.5215X - 69.2954$. The linear range is 130 ~ 153 $^{\circ}\text{C}$. The correlation coefficient is $r = 0.9997$. The relative standard deviation is 3.98%. There is no significant difference between gas chromatography and distillation by the results of F -test and t -test.

KEYWORDS gas chromatography, final boiling point of light benzene, determination

超级“细胞”芯片进入实体设计

据美国最新消息,由IBM、索尼、东芝联合研制的“细胞”芯片已完成图纸设计工作,即将进入实体设计。这三家公司于2002年4月2日宣布投资4亿美元进行“细胞”芯片的研究。设计者认为,细胞芯片除了具有处理图形图像所需要的高速计算能力外,更强调了它能进行宽带网络通讯,以及与多种数码设备的配合使用。预计“细胞”的商业产品将

于2004年末问世。

(雪)

环境分析仪器将亮相国际展

中国化学会将于9月举办“中国国际分析仪器展”,同期还将召开以“生物技术和生命科学”为主题的分析仪器研讨会。据介绍,此次展会将聚集世界各地分析、诊断、实验室技术和生命科学等方面的厂商,其中环境分析仪器占很大部分,包括大气分析、在线控制、污水监测等。

(许)