

洗油中喹啉、异喹啉等组分的测定 分析报告

——乌海成城交大建材有限公司

1. 客户要求

分离洗油样品中的喹啉、异喹啉、1-甲基萘、2-甲基萘并给这几种物质定量。

2. 检测方法

福立提供。

3. 方法概述

试样经自动进样器进样，气相色谱分离，FID 检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

4. 仪器和材料

4.1. 福立 F80 气相色谱仪

4.2. 反控工作站

5. 实验

5.1. 溶液配制

5.1.1. 标样的配制

分别称取喹啉 2.0180g、异喹啉 1.5032g、1-甲基萘 4.0020g 和 2-甲基萘 1.0011g 至装有一定量乙酸乙酯的 10mL 容量瓶中，用乙酸乙酯定容至刻度，形成浓度分别为 201.8mg/mL、150.23 mg/mL、400.2 mg/mL 和 100.11 mg/mL 的母液。分别取不同体积的单标配制成 3 个浓度梯度的混标溶液。标曲点 1 的 4 个组分浓度分别为：1.009 mg/mL、15.023 mg/mL、20.01 mg/mL、10.01 mg/mL；标曲点 2 的 4 个组分浓度分别为：5.045 mg/mL、30.046 mg/mL、40.02 mg/mL、20.02 mg/mL；标曲点 3 的 4 个组分浓度分别为：10.09 mg/mL、60.092 mg/mL、100.05 mg/mL、50.055 mg/mL。上机待测。

5.1.2. 样品的配制

将洗油样品 1 和样品 2 分别用乙酸乙酯稀释 10 倍，摇匀，待测。

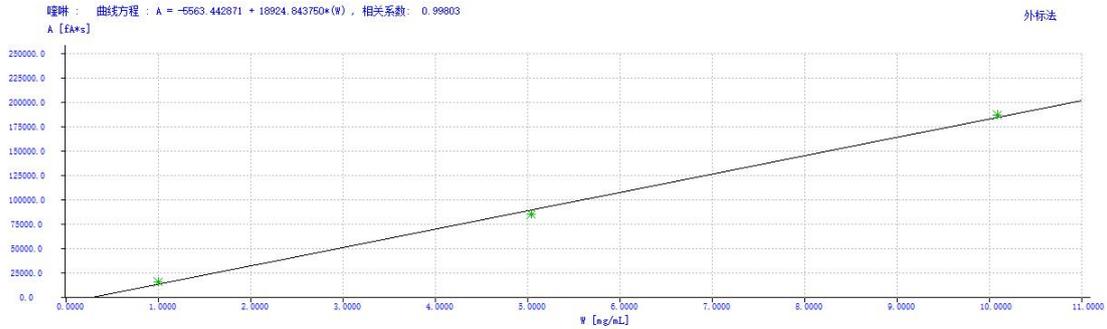
5.2. 色谱条件

仪器: 福立气相色谱仪(F80)	COL: 110°C-2°C/min-130°C (2min) -30°C/min-50°C
检测器: 宽量程 FID 氢火焰检测器	(2min) INJ: 270°C DET: 280°C
色谱柱: RBX-5/30m*0.32mm*0.25μm	进样量: 0.2μL
载气: N2 恒流: 1.5ml/min 分流比: 100: 1	

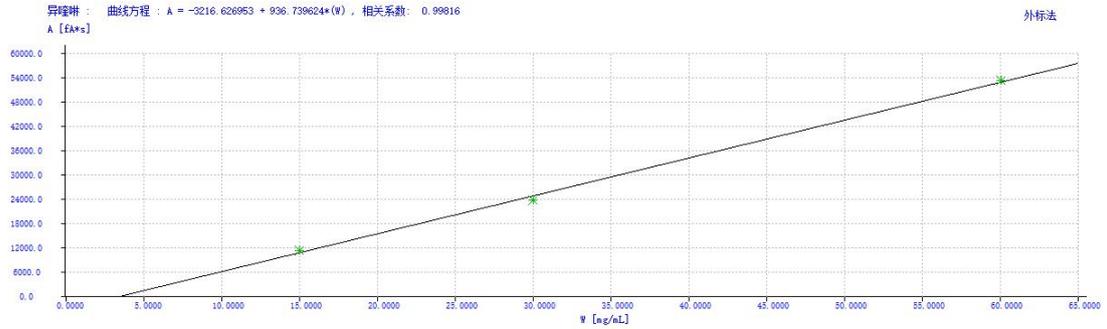
5.3. 标准曲线

5.3.1. 4 组分线性曲线结果

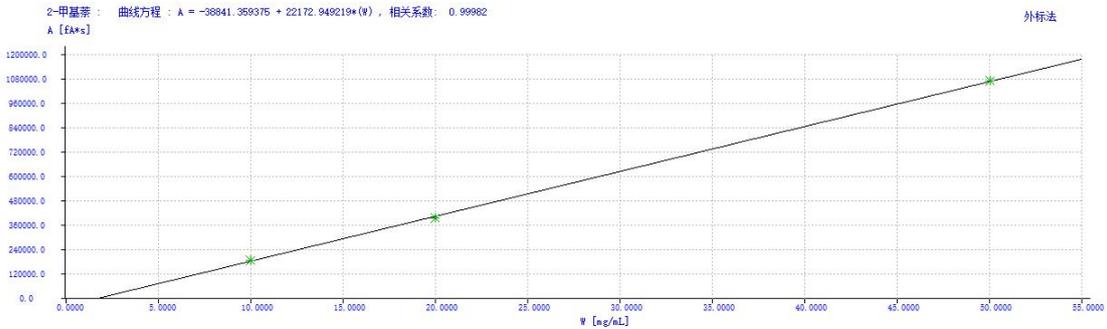
喹啉



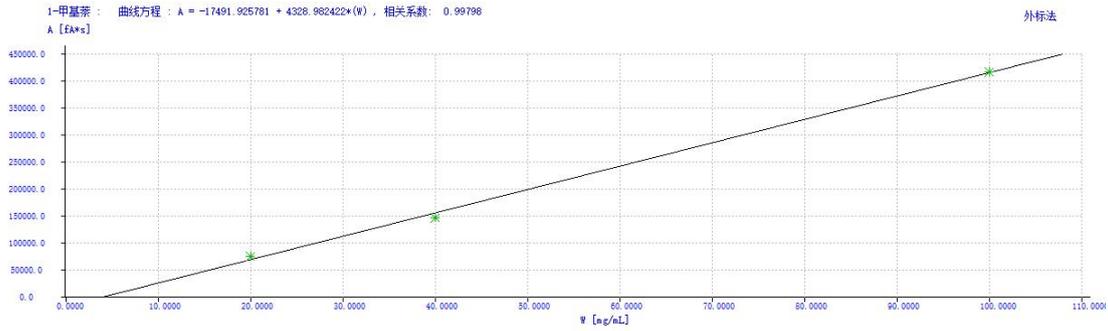
异喹啉



2-甲基萘

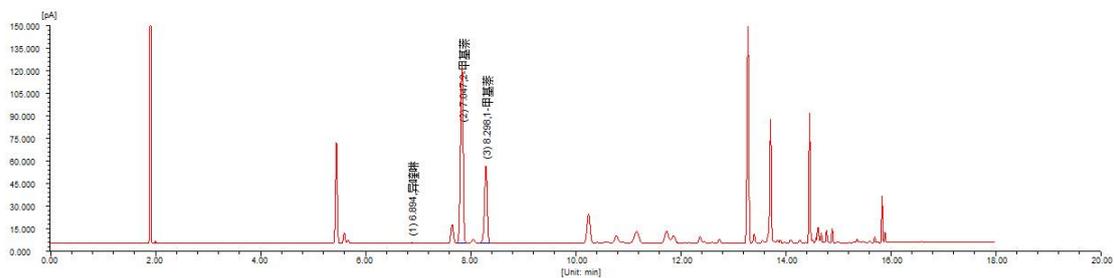


1-甲基萘

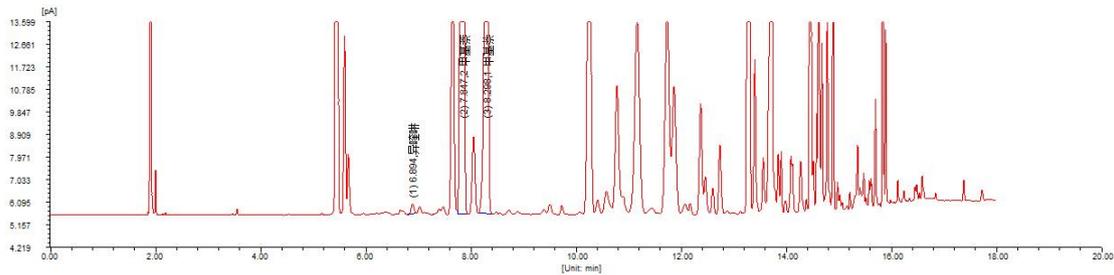


5.4. 分析结果

5.4.1. 洗油样品 1 典型谱图及 3 次测定结果



全景图



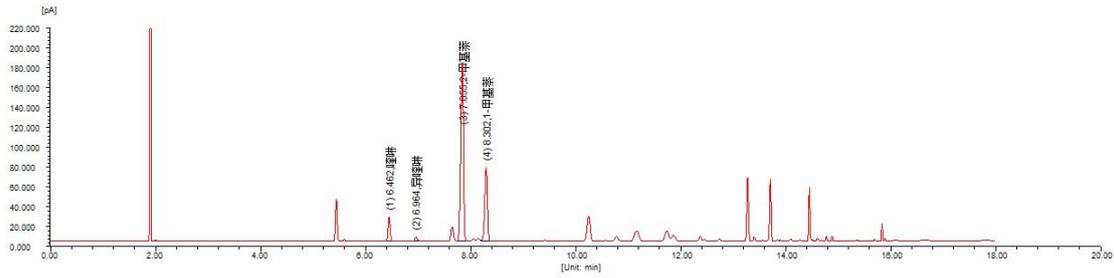
放大图

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/mL]
1	异喹啉	6.894	0.064	412.8	1642.1	0.2761	51.8683
2	2-甲基萘	7.847	0.053	119492.0	405110.3	68.1189	200.2222
3	1-甲基萘	8.298	0.055	51735.9	187958.1	31.6050	474.5921
总计:				171640.6	594710.5	100.0000	726.6826

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/mL]
1	异喹啉	6.893	0.064	410.3	1631.9	0.2766	51.7595
2	2-甲基萘	7.847	0.053	117905.1	401940.2	68.1280	198.7924
3	1-甲基萘	8.298	0.055	51332.7	186405.8	31.5954	471.0062
总计:				169648.2	589977.9	100.0000	721.5582

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/mL]
1	异喹啉	6.903	0.065	410.5	1668.3	0.2759	52.1485
2	2-甲基萘	7.859	0.053	121967.8	412200.9	68.1657	203.4200
3	1-甲基萘	8.310	0.055	53214.2	190835.1	31.5584	481.2378
总计:				175592.4	604704.3	100.0000	736.8064

5.4.2. 洗油样品 2 典型谱图及 3 次测定结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/mL]
1	喹啉	6.462	0.043	24994.6	69501.7	7.1154	39.6649
2	异喹啉	6.964	0.047	5127.5	19467.0	1.9930	242.1554
3	2-甲基萘	7.855	0.054	180784.7	626883.9	64.1788	300.2421
4	1-甲基萘	8.302	0.054	74398.5	260925.2	26.7129	643.1470
总计:				285305.4	976777.8	100.0000	1225.2093

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/mL]
1	喹啉	6.460	0.043	24883.6	69038.0	7.1012	39.4199
2	异喹啉	6.963	0.047	5091.5	19330.2	1.9883	240.6950
3	2-甲基萘	7.854	0.054	180056.7	624151.2	64.2000	299.0096
4	1-甲基萘	8.301	0.055	73904.8	259678.6	26.7105	640.2673
总计:				283936.7	972198.0	100.0000	1219.3918

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/mL]
1	喹啉	6.462	0.043	25762.6	71416.8	7.1111	40.6768
2	异喹啉	6.963	0.047	5277.5	20056.2	1.9970	248.4450
3	2-甲基萘	7.855	0.054	185200.5	644561.9	64.1802	308.2149
4	1-甲基萘	8.302	0.055	76122.6	268264.8	26.7116	660.1014
总计:				292363.2	1004299.6	100.0000	1257.4381

说明:

以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系。