

应用实例

用毛细管色谱分析二茂铁电解液

赵让梅 孙爱侠 吕艳

(扬子石化公司研究院,南京,210048)

二茂铁电解液是由环戊二烯、双环戊二烯、二甲基甲酰胺及电解产物——有机金属二茂铁等组分组成的。电解液中既有极性物质二甲基甲酰胺(DMF)作溶剂,又有弱极性物质环戊二烯;既有较难分离的轻组分环戊二烯和环戊烯等,又有沸点较高的组分二茂铁。这就给气相色谱分析带来一定的困难。国外已有色谱分析二茂铁的事例^[1],但未见详细的定性定量结果。本文详细报道了用高惰性的弱极性SE54石英毛细管柱分析了二茂铁电解液,取得了良好的定性定量结果。

实验

(一)仪器 GC-14A 色谱仪, FID 检测器, C-R4A 数据处理机, 日本岛津公司产; 色谱柱: SE-54, 27m × 0.25mm i. d., 中国科学院兰州化物所化工厂产。

(二)色谱条件的选择 选择了27m长的弹性石英毛细管柱, 固定液为SE-54, 柱子的总有效塔片数为5万, 酸碱比为1.06:1。二茂铁电解液的分离谱图见图1, 所选的色谱条件见图1注。由图1可见, 在所选定的条件下, 柱子的分离基本上满足了整个样品的分析。

样品的定性用纯标样和色谱-质谱联用定性。样品的定量用修正归一法。以双环戊二烯为1, 求得DMF和二茂铁的校正因子分别为3.04和1.34, 每个月重新标定一次, 其变化在3%以内。

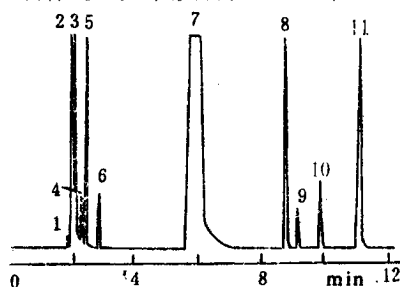


图1 二茂铁电解液的分析

1, 4, 5, 6. 未知, 2. 环戊二烯, 3. 环戊烯, 7. DMF, 8. 双环戊二烯, 9, 10. 未知, 11. 二茂铁。柱: SE-54, 27m × 0.25mm; 柱温: 40℃停4分, 30℃/分程序升温到250℃; 检测器温度260℃; 汽化室: 260℃。

为了考察该方法的可靠性, 用所求得的校正因子去测试已知浓度的标样, 分别计算了定量的准确度和精密度。结果列在表1中。由表1可以看出定量的重复性很好, 相对误差小于5%, 在色谱的定量允许误差之内。

表1 相对标准偏差和相对误差的测定

| 组分 | 已知 (W%) | 实际测定 | | | | | | | 相对误差 (%) |
|-------|---------|-------|-------|-------|-------|-----------|-----------------------|-----------------------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | \bar{X} | δ | $\frac{\delta}{\bar{X}} \%$ | |
| DMF | 77.61 | 77.05 | 77.15 | 77.15 | 77.19 | 77.14 | 0.52×10^{-1} | 0.07 | -0.61 |
| 双环戊二烯 | 14.78 | 14.90 | 14.85 | 14.92 | 14.88 | 14.89 | 0.26×10^{-1} | 0.17 | ±0.74 |
| 二茂铁 | 7.61 | 7.27 | 7.29 | 7.23 | 7.15 | 7.24 | 0.54×10^{-1} | 0.74 | -4.86 |

致谢 本公司质检站赵佐慈、任刚为本工作进行质谱定性, 在此表示谢意。

参考文献

[1] G. Bontempalli et al., La Chimica e L Industria, 57 (3), 194 (1975).

(收稿日期: 1991年8月6日, 修回日期: 12月26日)

Determination of Ferrocene Solution by Gas Capillary Chromatography Zhao Rangmei, Sun Aizia and Lü Yan, Yangzi Petroleum Company Research Institute, Nanjing, 210048

This paper describes the separation and determination of organo-metal-ferrocene. An FSOT with SE-54 was used. It gives good separation and quantitative results.