

二甲醚气相色谱相对重量校正因子的测定*

陈吉平 张乐津 杨立新 蔡光宇

(中国科学院大连化学物理研究所 大连 116012)

提 要 用冰冷却水吸收二甲醚配制样品,将 TCD 和 FID 串联使用,测定出二甲醚在 TCD 和 FID 上相对于甲醇的重量校正因子分别为0.86和0.55,并通过用甲醇催化脱水生成的二甲醚和水的化学计量关系,在线间接测定二甲醚在 TCD 上相对于甲醇的重量校正因子,从而使上述测定结果得到佐证。

关键词 气相色谱法,二甲醚,相对重量校正因子

分类号 O658

1 前言

二甲醚不仅是 C₁ 化学研究中重要的中间产物,而且其本身的应用也越来越被关注。二甲醚虽可方便地用气相色谱方法进行测定,但有关的定量校正因子在国内外文献均未见报道。二甲醚在常温常压下是气体,也没有相应的商业标准气。由于二甲醚相对重量校正因子测定的关键是样品的配制,我们采用冰水吸收二甲醚气体并以乙醇为内标物来测定。

2 测定步骤与条件

将102GD 气相色谱仪的热导检测器(TCD)和火焰电离检测器(FID)串联使用,进样口温度200℃,FID 温度200℃,柱温80℃。色谱柱 GDX-105 (2m × 2mm i. d.),载气 H₂(柱前压0.06MPa)。用 CDMC-2A 色谱数据处理机及大连江申色谱工作站分别记录 TCD 及 FID 信号。二甲醚气由甲醇催化脱水制得并经色谱分析未检出杂质。在一三角瓶中加入约50g 水并准确称量其总重量,用冰水冷却并向其中通二甲醚气体,吸收约0.2g 后,擦干三角瓶表面的水,准确称量其重量以确定吸收的二甲醚的

重量(W₁),同时定量地加入0.3g 左右的乙醇(W₂)。将配好的样品放在冰水中冷却。用微量注射器进样1μL,经色谱柱分离后依次进入 TCD 及 FID 检测。测定乙醇与二甲醚的峰面积比(A₂/A₁)。

3 计算方法

根据下式计算二甲醚在 TCD 和 FID 上相对于甲醇的重量校正因子 f_{w₁} :

$$f_{w_1} = A_2/A_1(W_1/W_2)f_{w_2}$$

其中,下标1,2分别代表二甲醚和乙醇,A 代表峰面积,W 代表重量,f_w 是以甲醇为标准物(以便和其它方法的测定结果对照)的相对重量校正因子,在 H₂ 作载气的条件下,配样测得 TCD 和 FID 上乙醇相对于甲醇的 f_{w₂} 分别为1.12和0.49。

4 测定结果

分别称取0.131 1g 二甲醚和0.230 2g 乙醇,0.157 4g 二甲醚和0.220 5g 乙醇,0.174 0g 二甲醚和0.258 3g 乙醇配制成3个样品,每个样品进样4次,测定及计算结果列于表1。

表1 二甲醚相对重量校正因子测定结果

Table 1 The results of determination of dimethyl ether correction factor

W ₁ /W ₂ W _{DME} /W _{ethanol}		A ₂ /A ₁ A _{ethanol} /A _{DME}				平均 Mean	f _{w₁} f _{w_{DME}}
		1	2	3	4		
0.569 5	FID	2.058	2.017	2.051	2.030	2.039	0.56
	TCD	1.328	1.270	1.333	1.323	1.314	0.84
0.713 8	FID	1.541	1.573	1.525	1.651	1.572	0.55
	TCD	1.066	1.105	1.050	1.132	1.088	0.87
0.673 6	FID	1.708	1.716	1.583	1.657	1.666	0.55
	TCD	1.174	1.157	1.080	1.149	1.140	0.86
平均	FID						0.55
	TCD						0.86

* 本文收稿日期:1996-01-13

同时,我们在比较温和的条件下,利用甲醇催化脱水生成二甲醚和水的化学计量关系间接测定 f_w 。将催化剂填装在经改装的汽化室中,在150℃~180℃温度下,脉冲进样测定各峰面积,并用水外标测定生成的水的量间接计算二甲醚在 TCD 上的 f_w ,结果为0.88,与表1中的结果相差不大。我们认

为上述测定结果是可靠的,因此,可以确定二甲醚在用氢气作载气时,在 TCD 上相对于甲醇的重量校正因子为0.86,而在 FID 上相对于甲醇的重量校正因子为0.55。本文提供了国内外文献未曾提供的二甲醚的气相色谱分析常用数据,为二甲醚的分析提供了方便,具有重要的实际意义。

Determination of Dimethyl Ether Correction Factors in Gas Chromatography with TCD and FID

Chen Jiping, Zhang Lefeng, Yang Lixin and Cai Guangyu

(Dalian Institute of Chemical Physics, the Chinese Academy of Sciences, Dalian, 116012)

Abstract Dimethyl ether(DME) correction factors in gas chromatography with the thermal conductivity detector (TCD) and flame ionization detector(FID) by using H_2 as carrier gas were determined in this work. The home-made DME gas was quantitatively absorbed in ice-cold water. With ethanol as standard, the aqueous mixture was injected into a gas chromatograph, equipped with serially-connected TCD and FID. The weight correction factors of DME based on methanol were 0.86 and 0.55 for TCD and FID respectively. The result for TCD was also confirmed by calculation based on the stoichiometrical transformation of methanol into DME in reaction gas chromatography.

Key words gas chromatography, dimethyl ether, correction factor

天津市南开区腾达过滤器件厂

敬告客户

因工作需要,本厂办公地点现已迁移到南开五马路朝园里1号·天商办公楼627室。电话:(022)27340551,传真:(022)27352944,邮编:300100,联系人:安金城。

同时,本厂开户银行改为:天津市工商银行东北角分理处,帐号为706-248227403。

“津腾”牌产品向广大客户致以亲切地问候

1997年4月