

气相色谱法测定甲缩醛

王淑娟 王洋 范丽静

(锦州石化职业技术学校, 锦州, 121000)(锦州石化公司研究院, 锦州, 121000)

【摘要】 采用气相色谱法对甲缩醛进行测定。以保留时间定性、峰高定量, 方法简便迅速, 准确度高, 可满足工艺分析要求。

【关键词】 气相色谱 甲缩醛

0 引言

在化工产品层出不穷的今天, 缩醛树脂以其优良的强度、韧性、刚度、弹性和耐火性能被广泛的应用于汽车配件、家具、机器、建筑、医学、玩具、装饰品等领域而倍受人们的重视。缩醛树脂的合成, 目前普遍采用由稀甲醛与甲醇缩合为甲缩醛, 甲缩醛氧化得浓甲醛再聚合成树脂这一工艺路线。同时甲缩醛也是常用的树脂增塑剂、催眠剂、止痛剂和香料。因而甲缩醛测定方法的建立显得十分必要。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

上海分析仪器厂 1002 型气相色谱仪, 配惠普 HP-3396 型数据处理机和 TCD 检测器。迪马公司提供甲缩醛色谱纯标准样; 甲醇、甲醛(AR 级)以化学计量比为原料合成甲缩醛反应达平衡时的混合液试样。

1.2 分析步骤

1.2.1 采样

取达平衡时的混合液试样 5ml 于离心试管中, 置于 -20°C 的酒精浴中冷却, 离心分离出固体催化剂。取澄清的混合试样用于分析测定。

1.2.2 样品的测定

(1) 气相色谱条件

色谱柱: 柱长 2m, 内径 4mm 不锈钢柱; 固定相: GDX-102; 柱温: 115°C ; 检测器和汽化室温度: 140°C ; 载气: 高纯氢气, 载气速度为 45ml/min。

(2) 样品测定

收稿日期: 1998-12-11

用微量进样器取 0.2 μ l 样品注入色谱柱,以保留时间定性,峰高定量。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线绘制

用甲缩醛标准液配制成;0.005、0.025、0.050、0.100、0.150、0.200、0.250、0.500、0.750、1.00mg/l 十个系列,分别取 0.2 μ l 测定其峰高,以浓度与峰度绘制标准曲线,回归方程为: $Y=3.521x-0.482$ 相关系数 $r=1.71$ 。甲缩醛浓度在 0.005—1.000ppm 范围内呈线性关系,最低检出限量为 3.5 μ g/l。

2.2 方法的准确度

取反应试液稀释 1000 倍作加标回收试验,得数据如下。

本底值(μ g/ml)	加标值(μ g/ml)	测得量(μ g/ml)	回收率(%)
0.250	0.100	0.348	98.0
0.250	0.100	0.345	95.0
0.250	0.100	0.347	97.0
0.250	0.150	0.399	99.3
0.250	0.150	0.401	100.7
0.250	0.150	0.403	102.0
平均回收率			98.7

以上数据表明该方法准确度较高。

2.3 精密度试验

对 0.1mg/l 和 0.25mg/l 两个浓度的甲缩醛标准溶液测定 10 次,变异系数分别为 2.7% 和 3.4%,表明方法的重现性较好,精密度较高。

3 稳定性试验

取 0.500mg/l 和 1.00mg/l 两种浓度的甲缩醛置于 -5 $^{\circ}$ C 的冰箱中,每隔 24 小时测定一次,共测八次,结果经方差分析,P 值均大于 0.06,表明每次测定结果无显著性差异。

4 结论

本气相色谱法测定甲缩醛,定性准确,定量回收率好,精密度高,检测速度快,适合于甲缩醛合成的监测及成品检验分析。

Mensurating Methylal by Analysis of Gaseous Chromatogram

Wang shujuan Wang Yang Fan Lijing

(Jinzhou Petrochemical company, Jinzhou, 121001)

Abstract: It is an easy and accurate way to measurate Methylal by analysis of gaseous chromatogram, which can keep the stablity of time and the quantity of wave crest and can also meet the demand of technical analysis methylal.

Key words: gaseous chromatogram, methylal.