

工业甲醛中甲醛、甲醇、水等各组份气相色谱法分析

李莲蓉

(神宁集团煤化工分公司质检计量中心 宁夏银川 75004)

摘 要: 该文采用气相色谱法测定在聚甲醛工业过程分析中甲醛制备工段的甲醛、水和甲醇的含量,克服了传统检测方法的缺陷,获得了较好的准确度和灵敏度。

关键词: 气相色谱法 聚甲醛 灵敏度

中图分类号: X5

文献标识码: A

文章编号: 1674-098X(2013)06(b)-0127-01

甲醛(formaldehyde)是无色、具有强烈气味的刺激气体,略重于空气,易溶于水,其35%~40%的水溶液通称福尔马林。甲醛是生产聚甲醛合成的重要原料,如何快速、准确的检测甲醛溶液,是聚甲醛合成单体产品产出的可靠保证。

该装置聚甲醛工业过程甲醛制备工段采用银法尾气循环工艺,甲醇与空气反应生成甲醛,经水吸收后得到48%甲醛,再经真空浓缩后得到60%浓甲醛,也可在此工序调配生产出37%的甲醛中间产品。经过水吸收尾气一部分作为进料参与反应,其余大部分送往尾气焚烧系统焚烧。中间产品为15%~60%的甲醛水溶液,组分为甲醛、水、甲醇等^[1]。传统分析方法选择性较差,灵敏度比较低。

1 实验部分

1.1 实验仪器与试剂

安捷伦7890A气相色谱仪,热导检测器,填充柱进样口,数据记录系统,ProPak-T填充柱(80/100目,长2 m,内径

2.0mmID, 1/8inOD)

所用试剂甲醛溶液为国产分析纯,甲醇为国产色谱纯,超纯水为超纯水仪器自制。

1.2 色谱条件

进样口温度: 200 ℃;

检测器温度: TCD 250 ℃;

柱箱温度: 105 ℃保持15 min;

流速: He 10 mL/min; H₂ 30 mL/min; 洁净空气 300 mL/min

1.3 实验步骤

(1)色谱柱老化色谱柱于160 ℃ 保持2~3 h。

(2)样品采集。

(3)样品分析开启色谱仪,在1.2色谱条件下,取样品注入色谱柱中,测定其相对保留时间和峰高(或峰面积),作为精甲醛试样中组份的定性和定量分析依据。

1.4 定性和定量分析

按照工业甲醛反应器生产出口甲醛溶液中各组分含量,配制标准甲醛、水、甲醇标准混合样品作为标准样品,在1.2色谱条件下,对标准样品进行重复分析测试,利用绝

对保留时间进行定性。

定量分析采用面积归一化法。由于所用标准气与工业甲醛组分浓度接近,故采用单点校正法进行定量计算。

2 结果与讨论

2.1 标准色谱图(定性分析)

在1.2的色谱条件下,对标准样品进行色谱分析,得到混合标准溶液色谱图(如图1),各组分的保留时间见表1。

2.2 精密度和回收率试验

为验证方法的准确性,对标准样品进行多次验证测定结果见表2。分析结果表明,各组分分离较好,相对标准偏差(RSD, n=5)小于0.1%,回收率大于99.5%,表明本方法测定结果稳定可靠。

3 结语

(1)建立了气相色谱法测定甲醛中甲醛、甲醇、水等各组分含量的方法。

(2)通过分析得出,用气相色谱法分析甲醛组分,准确度高,精密度好,分析速度快,操作简单。

参考文献

- [1] 张宗礼,井欣,刘潇雅,等.气相色谱法测定多聚甲醛生产中的中间产物及产品中的甲醇[J].农药,2003,42(10):29-30.

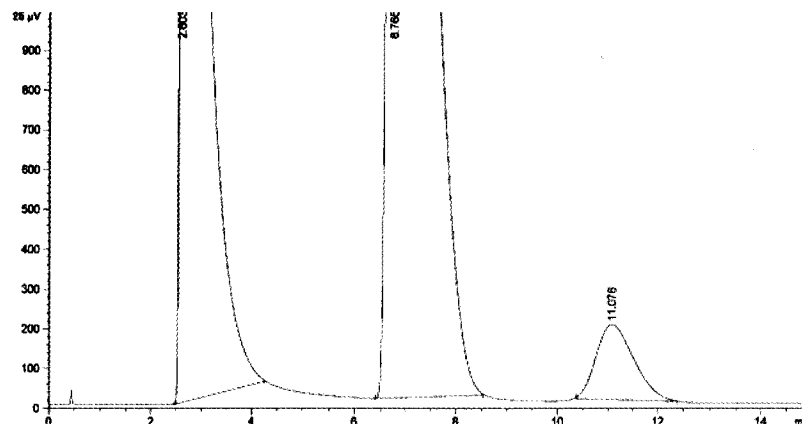


图1 混合标准溶液的色谱图

表1 混合标准溶液中各组分的保留时间

样品名	甲醛	水	甲醇
保留时间(min)	3.026	6.883	11.015

表2 精密度和回收率试验结果

	标准加入值	测定值						平均值	RSD/%	回收率, %
HCHO, %	28.30	28.32	28.33	28.41	28.33	28.36	28.27	28.29	0.055	99.96
H ₂ O, %	69.00	69.03	69.01	69.01	69.00	68.98	69.04	69.02	0.0219	100.03
CH ₃ OH, %	2.70	2.65	2.66	2.58	2.67	2.66	2.69	2.69	0.0726	99.63