

化工产品三苯基膦检测色谱仪

产品名称	化工产品三苯基膦检测色谱仪
公司名称	山东汇成科学仪器有限公司
价格	.00/个
规格参数	汇成仪器:气相色谱仪 6960:色谱仪厂家 山东:厂销一体
公司地址	山东省枣庄市滕州市荆河街道平行南路金源装饰大世界10-3001号
联系电话	13356322722

产品详情

毛细管内标法测定三苯基膦的含量

三苯基膦是重要化工产品,它可与各种金属形成极多的配位化合物,对许多化学反应有催化作用。近年在引进30万吨乙烯反应工程中的羰基醇合成中,是以三苯基膦与过渡元素如Co或Rh形成的配位化合物作催化剂,合成羰基醇,是目前羰基醇制法的主流。而作配体的三苯基膦,要求纯度必须在99%以上为了提高催化剂的效率和质量,有必要对三苯基膦建立一种操作简便、准确可靠的分析方法。这对生产过程控制及进一步研究具有重要意义。

有关三苯基膦的测定主要采用化学分析法,但操作繁琐、费时,由于测得的是有机物总磷的含量,因此易产生误差。本文报道利用气相色谱法测定三苯基膦。本文建立了化工产品三苯基膦检测色谱仪分析三苯基膦的方法,采用30*0.32*0.5 SE-30石英毛细管柱, FID检测器,内标法定量。该法快速、准确。适于工厂企业质量控制分析。

一、试验部分

1、仪器与试剂

仪器: GC-6960化工产品三苯基膦检测色谱仪配FID检测器,毛细管进样系统、N2000工作站、LH-300氢气发生器、LA-2L空气发生器、电子天平

试剂: 三苯基膦标准品含量99.5%,以苯配成三苯基膦含量为15mg/ml标准液; 蒽酮含量为99.8%,配成8mg/ml苯标准液。

2、色谱条件

SE-30石英毛细管柱30*0.32*0.5。

FID 检测器; 柱温采用程序升温, 初温130 , 以20 /min升至260 恒温;

柱前压0.08Mpa ,

尾吹35ml/min,

进样量0.2ul。

二、结果与讨论

1、色谱柱和柱温的选择

三苯基膦沸点高, 具有一定极性, 因此只能选择非极性耐温固定液色谱柱。试验中考察过用 3 × 1m SE-30不锈钢填充柱, 但填充柱存在分子扩散, 分析速度慢、高温分析不理想等现象, 而毛细管柱是空心柱、阻力小、渗透性好、柱效高, 因此采用短毛细管柱, 以加快色谱出峰, 同时考虑到分离效果, 本文选用了30*0.32*0.5 SE-30石英毛细管柱。另外, 为保证快速出峰, 避免峰形加宽, 柱温采用了程序升温。试验证明, 在10分钟即可完成一次进样分析。

2、标准曲线和线性的研究

准确吸取三苯基膦标准液分别为0.5、1、2、2.5、3、4ml于10ml容量瓶中, 各加蒽酮内标液4ml, 以苯稀释至刻度, 摇匀后进样分析。以三苯基膦色谱峰峰面积与蒽酮内标峰面积之比 A_i/A_s 为纵坐标, 对应三苯基膦含量 (mg/ml) 为横坐标, 作图2。试验证明, 含量在0.75—6.0mg/ml呈线性, 经线性回归得回归方程为 $y = 1.2416x + 0.0987$, $r = 0.9998$ 。

3、校正因子测定

准确吸取三苯基膦标准液各0.5、2、4ml于10ml容量瓶中, 各加4ml蒽酮内标液, 苯稀释至刻度, 混匀后进样分析, 各进样4次, 测得平均定量校正因子为0.242。

4、样品测定

准确称取样品适量 (约200—300mg) 于100ml容量瓶中, 以苯稀释至刻度, 摇匀后取1ml于10ml容量瓶中, 加蒽酮内标液4ml, 再以苯稀释至刻度, 摇匀后进样分析, 并与归一化法所测结果进行了比较,

结果见表2。

生产编号	内标法%	归一法%
20110410	95.6	96.7
20110501	98.2	98.9
20110506	99.1	99.3

面积归一法测得结果偏高, 原因在于本工艺中主要反应为反应中有NaCl产生。根据归一化公式, $W_i\% = f_i A_i / \sum f_i A_i \times 100$ 。式中, f_i 为i组份校正因子; A_i 为i组份峰面积; $\sum f_i A_i$ 为所有组份校正因子与相应峰面积乘积之和; $W_i\%$ 为i组份百分含量。由于组份NaCl不出峰,

使归一化法测得结果偏高, 所测样品经化学定性进一步证实有Cl⁻存在, 因此工艺中必须充分水洗以除去NaCl。经色质联用仪定性, 4号峰为苯甲基二苯基膦, 它是影响三苯基膦纯度的主要因素。

4 结论

(1) 采用30*0.32*0.5SE-30石英毛细管柱, FID检测器, 柱温为程序升温, 对三苯基膦进行了分离测定, 出峰尖锐, 就可完成分析, 分析速度快。

(2) 以蒽酮为内标物, 建立了内标定量方法。方法准确、可靠。

(3) 三苯基膦容易氧化, 因此样品应密封保存。制样时, 操作要快。载气所用的氮气应为高纯氮(99.99%以上)。