

气相色谱法测定氯乙酸含量

余培泽,高慧莲

(浙江传化股份有限公司,浙江 杭州 311215)

摘要:研究了氯乙酸经甲醇甲酯化后,用气相色谱法测试一氯乙酸与二氯乙酸的含量。

关键词:一氯乙酸;二氯乙酸;甲酯化;气相色谱法

中图分类号:O658 文献标识码:A 文章编号:1671-8798(2003)S0-0021-02

氯乙酸是广泛应用于工业生产的一种化工原料。目前,氯乙酸的分析方法主要有银量法^[1]和法扬司法^[2],这两种方法的原理都是相同的,即先将氯乙酸在一定条件与30%的氢氧化钠溶液发生如下反应:



生成的氯化钠量由银量法和法扬司法测定,从而求得氯乙酸含量。这两种方法所需的时间较长,步骤繁杂,引起误差机会多。我们研究采用以甲醇甲酯化处理后,用气相色谱法测试,具有使用方便,分析速度快,测试结果准确的优点。

1 实验部分

1.1 原理

在硫酸作催化剂条件下,使氯乙酸试样中的一氯乙酸,二氯乙酸等与过量的甲醇反应生成一氯乙酸甲酯,二氯乙酸甲酯等,剩余的甲醇在硫酸作用下缩合成甲醚。用氯仿萃取所有酯化物,然后把这种萃取液注入色谱仪中,得一氯乙酸甲酯,二氯乙酸甲酯等色谱图。

一氯乙酸的甲酯化反应式: $\text{CH}_2\text{ClCOOH} + \text{CH}_3\text{OH} = \text{CH}_2\text{ClCOOCH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

二氯乙酸的甲酯化反应式: $\text{CHCl}_2\text{COOH} + \text{CH}_3\text{OH} = \text{CHCl}_2\text{COOCH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

1.2 仪器与试剂

GC-14型气相色谱仪,配氢火焰检测器;积分仪:色谱处理工作站;恒温水浴锅;带磨口塞试管;带磨口分液漏斗。

一氯乙酸;二氯乙酸;三氯甲烷;硫酸;无水乙醇、无水硫酸钠均为分析纯。

1.3 气相色谱分析条件

30.0 m OV-101 毛细管柱(0.20 mm 内径);初温 90℃,以 5℃/min 升温至 120℃后保持 5 min;汽化和检测均为 200℃;H₂ 流速:65 mL/min;载气流速:60 mL/min;空气流速:600 mL/min;微量进样器:1 μl。

1.4 样品的预处理及测定

称取 4.5 g 一氯乙酸和 0.1 g 二氯乙酸标样于 50 mL 比色管中,加 10 mL 无水甲醇,加 2 mL 硫酸。在水浴中加热(60℃),酯化 15 min,冷却至室温后加 15 mL 蒸馏水,10 mL 三氯甲烷,剧烈振荡后倒入分液漏斗,分层后取下层油相,用无水硫酸钠脱水过滤后即可进行分析。

收稿日期:2003-09-15

作者简介:余培泽(1968—),男,工程师,浙江人,从事色谱分析等方面的研究。

称取 4.5 g 氯乙酸样品,操作同标样。

69 5.8x5.1

2 结果与讨论

2.1 酯化时间的选择

氯乙酸沸点较高,不便于直接进行色谱分析。因此,将其羧基酯化处理形成易挥发、性能稳定的酯类。据此情况,我们对一氯乙酸和二氯乙酸与甲醇酯化反应的时间进行了试验,分别对样品酯化 5,10,15,20,25 min 作了比较,总结出酯化完全的最佳时间为 15 min。

2.2 色谱固定液的选择

曾选用过 OV-17, HP-5, 等固定液进行比较试验,结果表明以 OV-101 固定液,能达到理想的分离效果,色谱图见图 1。

2.3 测试误差分析

选定了 3 个批次的样品样行平行性试验,测试误差分析见表 1。

表 1 平行实验结果

样品	品 称	批 次			平均值	最大值与最大值之差	标准偏差
		1	2	3			
01	一氯乙酸/%	98.76	98.88	98.81	98.82	0.12	0.060
	二氯乙酸/%	0.85	0.81	0.80	0.82	0.05	0.026
02	一氯乙酸/%	98.35	98.41	98.50	98.42	0.15	0.075
	二氯乙酸/%	1.25	1.19	1.22	1.22	0.06	0.042
03	一氯乙酸/%	98.71	98.80	98.69	98.73	0.11	0.059
	二氯乙酸/%	0.89	0.93	0.87	0.90	0.06	0.031

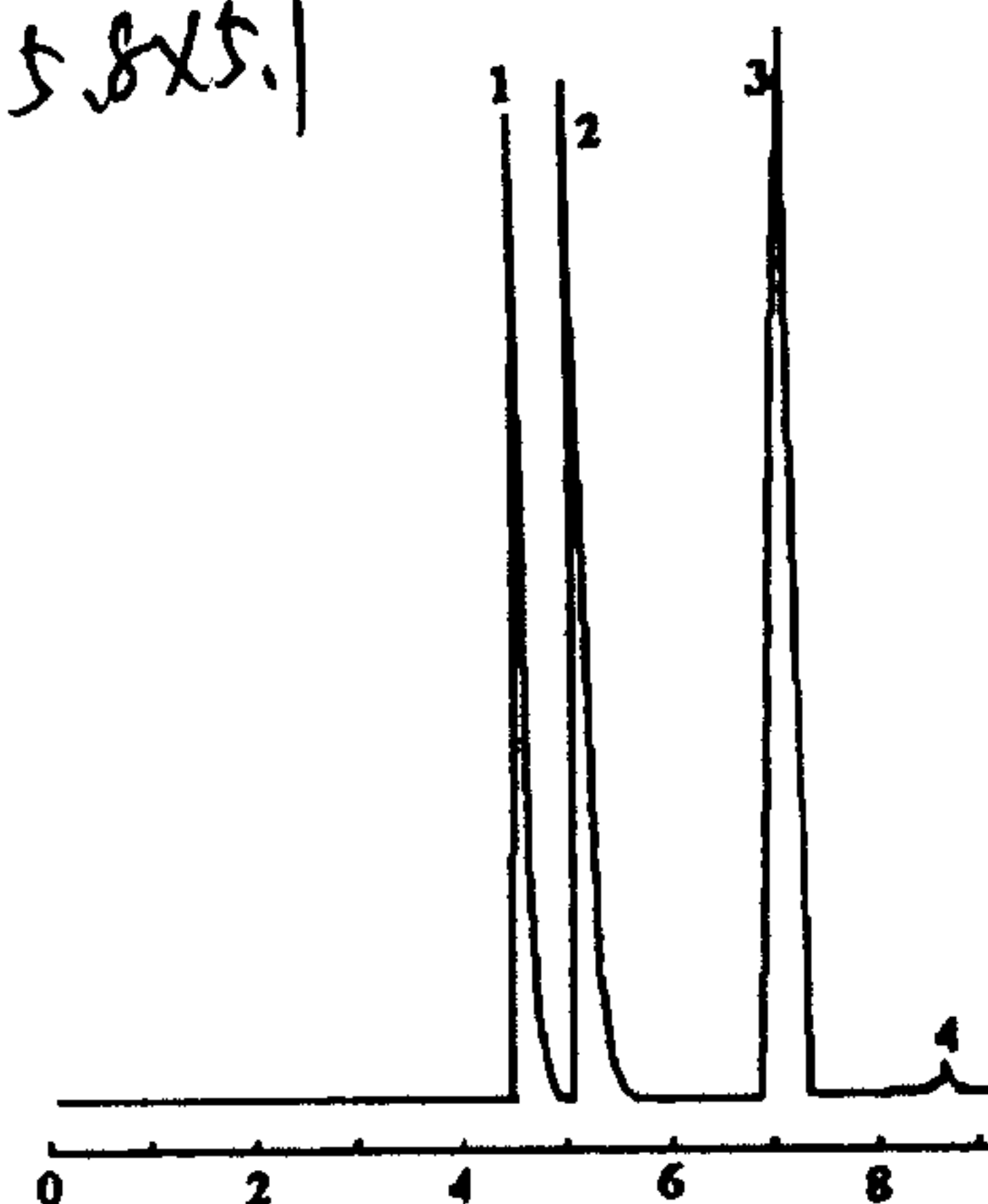


图 1 样品的色谱图

1. 甲醚 2. 三氯甲烷
3. 一氯乙酸甲酯
4. 二氯乙酸甲酯

2.4 方法的准确度

在整个测试过程中,同样分析一个样品,用滴定法需要 3 h,而用色谱法只需 1 h,即用色谱法可比滴定法节约时间 2/3,从而提高了效率。

用不同方法对三个批次氯乙酸的测试进行了比较,两法的分析结果见表 2。从表中可看出色谱法的准确性和可靠性不亚于滴定法。

表 2

方 法	01		02		03	
	一氯乙酸	二氯乙酸	一氯乙酸	二氯乙酸	一氯乙酸	二氯乙酸
滴定法	99.03	0.80	98.37	1.12	98.86	0.93
色谱法	98.82	0.82	98.42	1.22	98.73	0.90

2.5 结 论

通过对滴定法和气相色谱法的比较,选定了用气相色谱法,该法操作简单,测试快速,准确性高,可获得满意的测试结果。

参考文献:

- [1] 武汉大学. 分析化学(第二版)[M]. 北京:高等教育出版社. 1995, 103-104.
- [2] 周学永. 法扬司法在氯乙酸分析中的应用[J]. 化学工程师, 1992, 26(2): 25-26.

(下转第 4 页)