

МЕТОД ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ИЗМЕРЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА ОКСИДАТА

Колюкович Е.А.

Могилевский государственный университет продовольствия
г. Могилев, Беларусь

На ОАО «Могилевхимволокно» на заводе органического синтеза в цехе ДМТ-4 производится продукт диметилтерефталат (ДМТ). Диметилтерефталат используется как исходное сырье для синтеза полиэтилентерефталата, который в свою очередь имеет чрезвычайно широкое народно – хозяйственное применение. Из него получают волокна, нити, пленки, литьевые изделия и т.д.

На ОАО «Могилевхимволокно» на заводе органического синтеза в цехе №1 основной параметр - кислотное число оксидата измеряют методом газо-жидкостной хроматографии.

Методика основана на газохроматографическом разделении компонентов в колонке длиной 3 м, внутренним диаметром 4 мм, заполненной хромосорбом W-AW(30-60 меш), отмытым кислотой и пропитанным 10 % (по массе) карборансилоксанового полимера. Перед анализом пробу обрабатывают силилирующим агентом – бис – (N,0-триметилсилил)-ацетамидом чтобы перевести кислые продукты в их триметилсилильные производные, проявляющиеся на хроматограмме в виде острых, симметричных пиков, для полного разделения таких сложных, многокомпонентных смесей, как оксидаты производства ДМТ анализ ведут в режиме линейного программирования температуры от 60 до 300°C.

Количественное определение содержания компонентов производится методом Внутреннего стандарта (диметиловый эфир субериновой кислоты, дибутиловый эфир себаценовой кислоты).

Проведение анализа осуществляют следующим образом колонку термостатируют при 60 °С. После введения пробу в хроматограф включают программатор температуры и приводят в движение диаграммную ленту. На хроматографе записывают температуру, при которой проявляется максимум пика. После элюирования пика ди-(триметилсилильного) эфира терефталевой кислоты увеличивают чувствительность усилителя сигналов детектора в 3-9 раз и анализируют примеси высококипящих соединений (толуилата, ТЭМК, 3,4'- и 4,4'-ДЭДК, и 2,4',5'-ТЭДК) вместе с внутренним стандартом дибутилсебаценоватом.

Расчет содержания компонентов в исследуемых пробах производился методом внутреннего стандарта.

Площадь пика, приближенно принимаемая за площадь треугольника.

Содержание внутреннего стандарта рассчитывают по отношению веса внутреннего стандарта, к весу пробы.

Методика один раз в месяц проверяется на искусственной смеси. Ошибка по определяемым коэффициентам не должна превышать 10% относительных единиц, т.е.

Чувствительность методики по метанолу, п-ксилолу, метилбензоату, метилтолуилату составляет 0,1%, по терефталевой кислоте – 0,5%, по остальным компонентам – 0,2%. Относительная ошибка определения по методике 10%. Время анализа 55 мин.