

经验交流

用毛细管气相色谱法分析火炸药组分

傅若农

(北京理工大学化工系, 100081)

从80年代初交联毛细管柱和大内径厚液膜毛细管柱的问世, 显示了毛细管色谱法的突出优点, 从而以毛细管柱逐步取代填充柱成为必然趋势⁽¹⁾。气相色谱法从1959年开始用于火炸药分析⁽²⁾, 从80年代初起把毛细管气相色谱用于火炸药污染物的分析⁽³⁾以来, 气相色谱法已成为火炸药分析十分有用的工具。根据我们多年的研究认为毛细管气相色谱法在很多情况下优于填充柱气相色谱法。

实验部分

(一) 仪器、试剂 气相色谱仪: SP2305 E型, 配以毛细管系统(北京分析仪器厂)。试剂: 分析纯或本系合成精制。

(二) 毛细管柱 玻璃或弹性石英毛细管柱, 用静态法涂渍, 性能见表1。

表1 本文所用毛细管柱性能

柱尺寸 (m×Φmm)	固定液	柱温	测试 化合物	载气流速 (cm/s)	理论塔 板数/m
10×0.22 石英柱	SE-54	120	正十二烷	17	4430
25×0.23 石英柱	OV-101	120	正十二烷	15	3500
9.2×0.33 玻璃柱	OV-225	173	正十九烷	29	3400

结果及讨论

(一) 固定液的选择 根据我们过去的研究认为适合于常见火炸药组分的固定液有OV-101(SE-30), OV-25, OV-225⁽⁴⁻⁶⁾。最近的研究表明SE-54交联毛细管柱也是十分合用的。

(二) 用SE-54毛细管柱分离单基药成分 最近卢永志等⁽⁷⁾用填充柱分析了单基药的一些组分: 2,6-二硝基甲苯(2,6-DNT), 2,4-二硝基甲苯(2,4-DNT), 邻苯二甲酸二丁酯(DBP)和二苯胺(DPA)。我们用SE-54毛细管柱分离这四种组分以及DNT中可

能存在的2,4,6-三硝基甲苯(2,4,6-TNT)。典型的色谱如图1所示。五种组分在SE-54柱上的 α 值列于表2中。从图和表中数据可以看出:

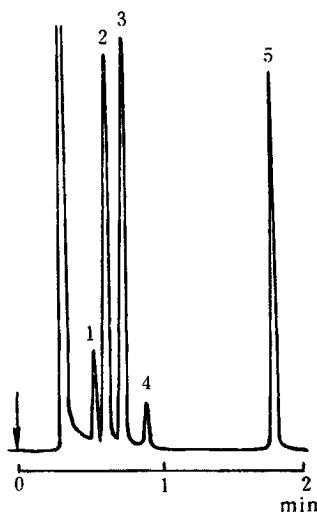


图1 用SE-54弹性石英毛细管柱分离单基药的组分

柱温: 190℃, 载气流速: 44cm/s。峰: 1. 2,6-DNT, 2. 2,4-DNT, 3. DPA, 4. 2,4,6-TNT, 5. DBP。

表2 SE-54柱上分离单基药组分的 α 值(柱温: 190℃)

$\alpha_{2,4\text{-DNT}/2,6\text{-DNT}}$	$\alpha_{\text{DPA}/2,4\text{-DNT}}$	$\alpha_{\text{TNT}/\text{DPA}}$	$\alpha_{\text{DBP}/\text{TNT}}$
1.31	1.38	1.39	2.61

1. 用SE-54毛细管柱分离这五种成分, 分离度好, 分析时间短, 明显优于填充柱。

2. 在本例中使用了高载气流速, 在这样高的流速下柱效要下降2.5倍。因此如把柱长缩短, 载气流速在正常流速(如15cm/s)下也可达到快速分离的目的。

(三) 用SE-54毛细管柱分离DNT和TNT异构体 用SE-54弹性石英毛细管柱可以很好很快地分离DNT及TNT异构体, 如图2所示, 这些组分用填充柱是很难分离到如此程度, 而且费时很长。SE-54柱和OV-225柱比较, 从2,4-DNT和2,3-DNT的分

离讲,OV-225 优于 SE-54 柱。

(四)用 OV-225 柱分离炸药异构体 根据我们的研究 OV-225 毛细管柱是分离硝基芳烃炸药,如 MNT,DNT,TNT 异构体最好的毛细管柱^[5]。

结 论

(一)毛细管气相色谱法在火炸药分析中有很好的应用前景。从分离度和分析时间上大大优于填充柱。

(二)使用 OV-101,SE-54,OV-225 等毛细管柱可以解决许多火炸药分析的问题。

参 考 文 献

- [1] 傅若农,色谱,8(1),16(1990).
- [2] A. Wehrli et al., Helv. Chim. Acta, 42, 2709(1959).
- [3] A. Hashimoto et al., Analyst, 105, 787(1980).
- [4] 傅若农、吴文辉,化学通报,(9),527(1981).
- [5] 傅若农、田林祥,高等学校化学学报,5,839(1984).
- [6] 田林祥、傅若农,兵工学报,(1),43(1984).
- [7] 卢永志、邵昌仪、陶 莉,色谱,8(2),117(1990).
- [8] 田林祥、傅若农,兵工学报,(4),37(1987).

(收稿日期:1990年4月21日)

Analysis of Propellants and Explosives By Using Capillary Gas Chromatography Fu Ruonong, Department of Chemical Engineering, Beijing Institute of Technology, 100081

In this paper a method is presented for the separation of the compounds of propellants and explosives by capillary gas chromatography. The results show that glass capillary column coated with OV-225 is suitable for a variety of isomers of nitroaromatic compounds, e. g., mono-, di- and trinitrotoluenes, and the columns coated with SE-54 or OV-101 are suitable for ingredients in propellants, such as ,DNT, TNT, DPA, DBP etc... In the analysis of propellants and explosives, shorter capillary columns are better than the longer ones. Comparison in separation power and analysis time is made between this method and packed column gas chromatography.

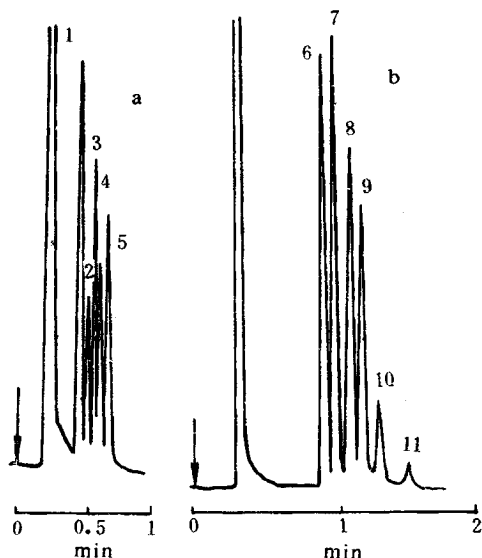


图 2 用 SE-54 毛细管柱分离 DNT, TNT 异构体

a. 柱温:177℃,流速:17cm/s;

b. 柱温:190℃,流速:20cm/s.

峰:1. 2,6-DNT, 2. 2,5-DNT, 3. 2,3-DNT+2,4-DNT, 4. 3,5-DNT, 5. 3,4-DNT, 6. 2,4,6-TNT, 7. 2,3,6-TNT, 8. 2,3,5-TNT, 9. 2,4,5-TNT, 10. 2,3,4-TNT, 11. 3,4,5-TNT.

(五)用 OV-101 毛细管柱分离火炸药组分 OV-101 是非极性柱,对火炸药极性组分(沸点有一定差别)可以达到快速有效的分离,例如我们用 25m OV-101 柱对废水中的炸药:DNT,TNT,RDX(黑索金)和 DNN(二硝基萘),进行了十分令人满意的分离和测定^[8]。

乙醇催化羧化合成产物的气相色谱分析

郭友嘉 任 清

(中国科学院福建物质结构研究所,350002)

用双金属作催化剂、碘乙烷作助剂的乙醇催化羧化合成丙酸和丙酸乙酯的反应体系中,可能存在的化

合物有水、乙醇、碘乙烷、丙酸、丙酸乙酯和醚类、醛类等。从文献报道可见此类含水多种化合物的分离,使