



渗透汽化过程的醇水混合物的气相色谱分析

蔡邦肖

(国家海洋局杭州水处理技术研究开发中心, 杭州 310012)

摘要: 建立了一种气相色谱(GC)分析渗透汽化膜分离过程的渗透物和酒精组分含量的方法, 确定了色谱分离条件, 给出了不同含量乙醇的校正因子。结果表明, GC 分析渗透汽化 料液和渗透物组分的分离度高, 精密度令人满意, 定量分析快速、简便、精确。

关键词: 气相色谱, 酒精, 渗透汽化膜分离

渗透汽化(PV)以其单级分离率高、操作简便、技术可靠, 在醇水混合物的脱水得到大规模生产应用, 并迅速地扩展到各种有机物恒沸水份的脱除、有机氧化物的纯化、烃类混合物的分离以及水溶液中微量有机物的去除等。

在 PV 膜分离过程中, 料液或渗透物的组分浓度一般上都可以用分光光度计或气相色谱(GC)法测定。GC 法由于分离效能高、分析速度快、样品用量少, 已在国内外的 PV 分离技术的开发研究中被广泛采用。然而, 在迄今为止的有关文献中很难看到较系统地运用 GC 分析 PV 料液和渗透物的方法。

作者在研制 PV 复合膜分离醇水溶液的项目开发过程中, 建立了 GC 定量分析 PV 物料(料液和渗透物)组分浓度的方法。本文报道实验确定乙醇水混合物组分浓度的 GC 分离条件和测定方法、不同含量乙醇的校正因子(f)、以及不同批号复合膜 PV 运行的料液和渗透物的 GC 定量分析结果, 同时给出典型谱图。

1 实验部分

1.1 PV膜与仪器和试剂

PV用的复合膜和膜的分离性能测试装置均为自行研制。气相色谱仪: SP3420, 北京分析仪器厂生产。色谱数据处理工作站: A4700, 北京东西电子技术研究所生产。酒精计: 测量范围 1~100, 浙江余姚仪表二厂生产。95%乙醇、无水乙醇均为分析纯。

1.2 色谱条件

色谱柱: $\phi 3 \times 3000$ mm 不锈钢柱。载体: 60~80 目的 GDX—103。检测器: TCD。TCDT 140℃, INJ120℃, COLUMNT 120℃。INITIAL ATTEN, 2, INITIAL RANGE 0.05。载气及流量: H_2 , 30 ml / min。噪声: 18。柱前压力 0.1 MPa。进样量: 1 μ l。

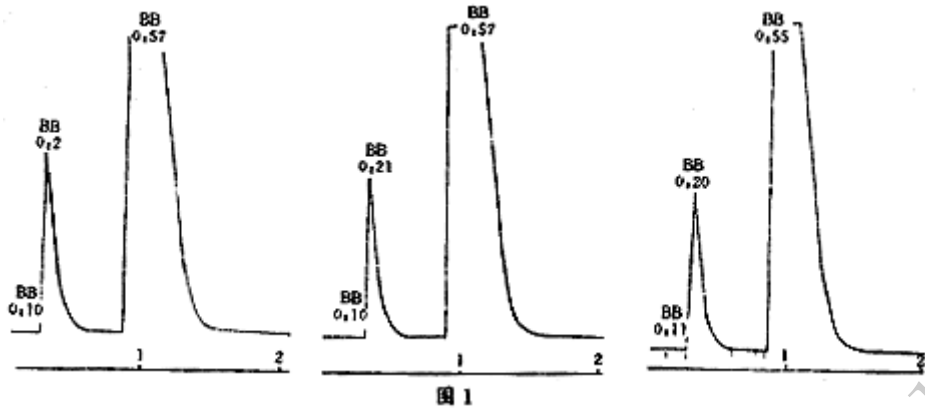
1.3 实验及分析过程

将制备的复合膜组装到PV测试装置中, 以酒精为料液, 开启计量泵, 然后开启真空泵, 待运行稳定(通常在 4h)后, 开始用液氮冷凝收集透过膜的渗透物。GC分析实验的料液和被膜分离的渗透物的组分与浓度。

2 结果与讨论

2.1 色谱分离与测定

GC 分析得到了经酒精计测定的乙醇浓度分别为 84.98、93.69、97.26(wt%)样品的色谱图(见图 1), 其中水的 tR 分别为 0: 20、0: 21、0: 20, 乙醇的 tR 分别为 0: 57、0: 57、0: 55。



从中可以看出，三个不同浓度样品中相应组分的 t_R 值几乎是相同的，但是乙醇峰结束的时间则随着乙醇含量的增加而延长(分别为 3: 18、3: 32、4: 20)。这显然是在相同的色谱条件下，含量高的组分存在较长的色谱分离时间。谱图清楚地表明，尽管样品浓度不同，在本研究的色谱条件下，物料中的组分均能被精确地分离，分离度[1]都大于 1.5。

2.2 校正因子(f)的测定

GC 分析物料中的组分浓度可采用修正归一法。但在定量分析前应先求出一系列与欲定量样品的组分含量相近的校正因子[1]。测定操作时，准确配制浓度不同的试样(其浓度也可用酒精计测定)，得到谱图后，令各个样品中组分水的校正因子为 1，经色谱数据处理工作站计算，即可获得乙醇的校正因子(f)。表 1 列出了一系列相关数据。

表 1 不同浓度样品中乙醇的热导校正因子		
样品浓度 (EtOH),wt%	GC 图 (t_R ,EtOH)	校正因子 (f)
1.2	1:8	1.214093
82.7	0:54	1.292805
91.7	0:51	1.402407
95.0	0:52	2.128214
99.7	0:50	0.793722

2.3 定量分析

在 PV 膜性能测试中，料液和渗透物的组份含量，是在获得样品的 GC 谱图后，通过选取表 1 中相近浓度的校正因子，再由数据处理工作站计算，得到该样品的组分含量。在作者近几年的大量实验记录中，选取了典型的四批膜实验结果(见表 2)。对配制的料液用酒精计测试真值，GC 进行五次平行测定。正如表 2 所示，GC 分析的精密性[1]很好，由此可见，用本方法测定的 PV 膜分离的渗透物组分浓度是真实可靠的。这些膜的渗透物谱图见图 2。从图 2 可见，渗透物中随着乙醇含量的减少，乙醇峰逐渐降低直至消失，仅水峰面积逐渐增大，其 t_R 相应变大。根据这些谱图并结合表 2 的精密性分析，本研究建立的方法是准确实用的。

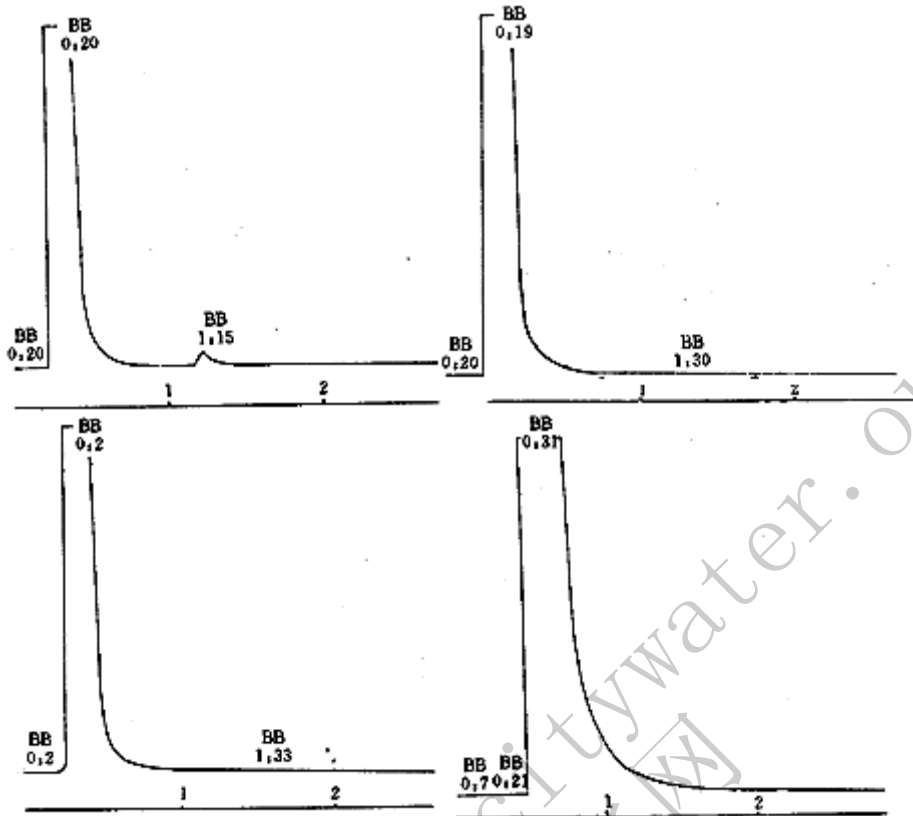


图 2

表 2 PV 膜渗透物的组分浓度及 GC 的精密度分析

膜批号	制膜日期 (年、月、日)	渗透物浓度 (EtOH,wt%)	料液的 GC 精密分析			
			配制值 (%)	测定值 (%)	标准偏差	变异系数(%)
9451	1994.5.4	0.5380	93.7	93.71	0.325	0.347
5031-3	1995.4.7	0.0162	92.9	92.98	0.208	0.224
5031-Y	1995.3.20	0.0055	96.6	96.56	0.241	0.250
5518	1994.7.7	0.0000	94.5	94.56	0.172	0.182

3 结 论

在本文的色谱条件下，GC 结果表明色谱峰对称性较高，分离度都大于 1.5，分离效果令人满意。定量分析表明。变异系数都在文献[1]要求的允许范围内，方法重复性较好，分析的数据可靠。本研究建立的方法，用来定量分析 PV 膜过程含乙醇水混合物的料液和渗透物的组分含量，准确实用。将本方法中设定的一些参数作适当的修正后，可用于渗透汽化分离其它类型的醇水混合物的分析测定。

参考文献

- 詹益兴编著，实用气相色谱分析、湖南：科学技术出版社，1982：178，56，192