

酚类化合物分析报告

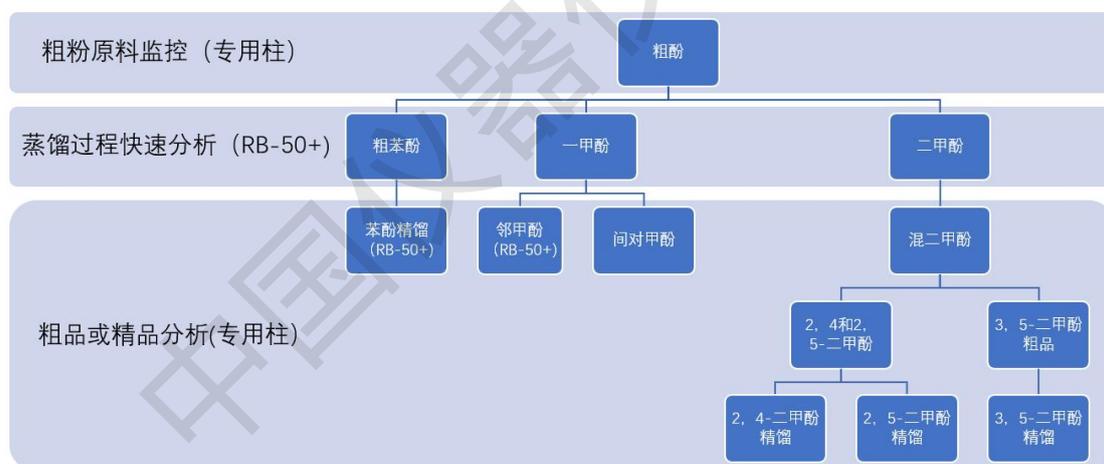
于永庆

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 采粗酚是对煤焦油蒸馏得到的含酚馏份进行加工得到的, 呈白色或无色, 易潮解结晶, 块状, 带显著气味及尖锐灼烧味道, 可溶于水, 能溶于乙醇。它的组成比较复杂, 含有苯酚及甲酚类, 甲酚包括一甲酚、二甲酚和三甲酚; 一甲酚有邻甲酚、间甲酚和对甲酚; 二甲酚有 2,3-二甲酚、2,4-二甲酚、2,5-二甲酚、2,6-二甲酚、3,4-二甲酚、3,5-二甲酚; 三甲酚主要包括 2,3,6-三甲酚和 2,4,6-三甲酚。由于粗酚组成复杂, 各组份之间沸点非常接近, 对其进行加工分离工艺比较复杂。目前我国粗酚的加工量还比较低, 主要是从中分离出苯酚、间甲酚、邻甲酚等单组份以及混合甲酚、二甲酚。

关键词: 气相色谱;粗酚;蒸馏;成分分析

1 分析步骤导图

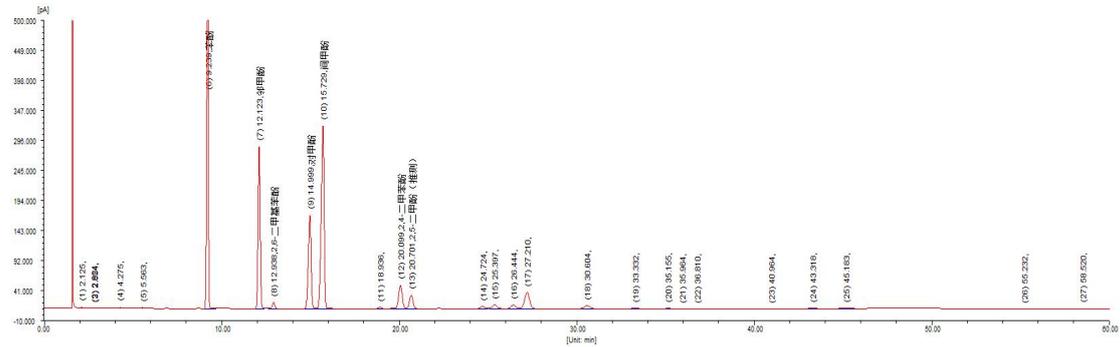


2 仪器和材料

- 1) 福立 GC9720Plus 气相色谱仪
- 2) 反控工作站
- 3) 酚类分析专用毛细柱和 RB-50+毛细柱

3 实验

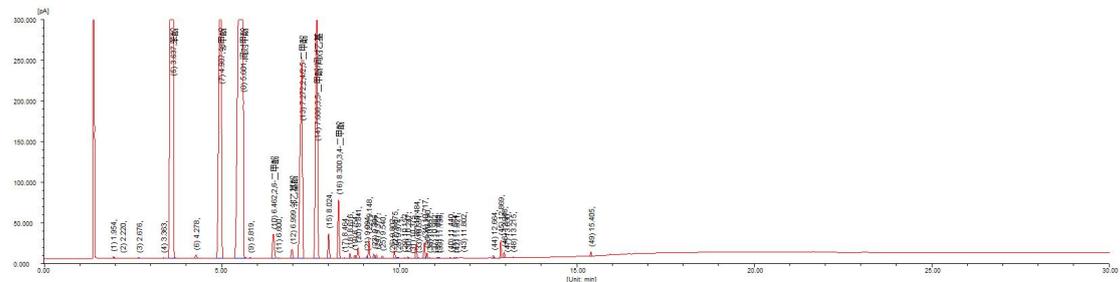
3.1 粗酚原料质量监控



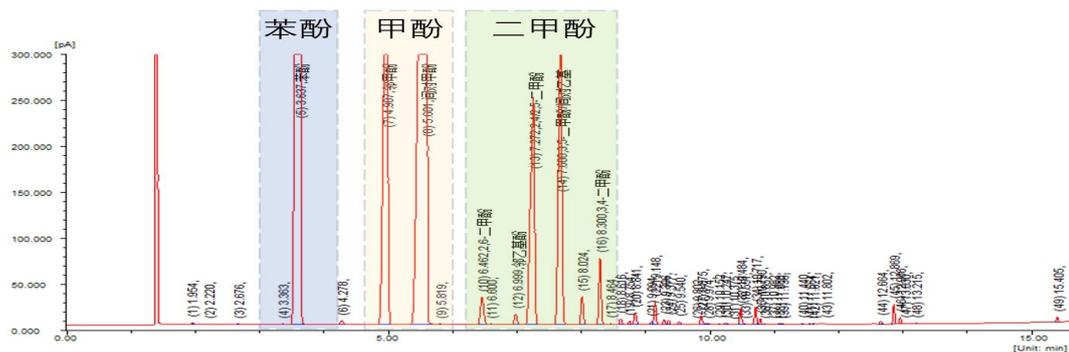
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[AU]	峰面积[AU*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		2.125	0.028	3143.9	5542.4	0.0334	0.0334
2		2.824	0.036	1081.6	2470.2	0.0149	0.0149
3		2.854	0.032	1214.3	2367.9	0.0143	0.0143
4		4.275	0.046	3425.9	10335.2	0.0623	0.0623
5		5.563	0.057	2682.9	10803.1	0.0651	0.0651
6	苯酚	9.239	0.105	1013185.5	6826745.0	41.1281	41.1281
7	邻甲酚	12.123	0.130	276226.7	2306105.6	13.8933	13.8933
8	2,6-二甲基苯酚	12.938	0.142	11289.9	109574.5	0.6601	0.6601
9	对甲酚	14.999	0.170	159925.3	1732093.4	10.4351	10.4351
10	间甲酚	15.729	0.177	311109.8	3533268.4	21.2864	21.2864
11		18.936	0.207	2209.5	29000.6	0.1747	0.1747
12	2,4-二甲苯酚	20.099	0.220	40373.7	578668.7	3.4862	3.4862
13	2,5-二甲酚 (推测)	20.701	0.224	23471.1	337282.5	2.0320	2.0320
14		24.724	0.279	3633.6	64647.4	0.3895	0.3895
15		25.397	0.289	6801.8	126459.6	0.7619	0.7619
16		26.444	0.302	6527.5	126162.2	0.7601	0.7601
17		27.210	0.310	28195.8	561833.0	3.3848	3.3848
18		30.604	0.353	5239.4	119615.2	0.7206	0.7206
19		33.332	0.402	606.1	16198.9	0.0976	0.0976
20		35.155	0.401	296.3	7306.9	0.0440	0.0440
21		35.964	0.389	104.9	2359.7	0.0142	0.0142
22		36.810	0.381	113.7	2860.2	0.0172	0.0172
23		40.964	0.470	246.0	7643.6	0.0460	0.0460
24		43.318	0.673	531.9	22347.1	0.1346	0.1346
25		45.183	0.565	973.0	35668.6	0.2149	0.2149
26		55.232	0.621	134.8	5324.7	0.0321	0.0321
27		58.520	0.692	371.4	16045.6	0.0967	0.0967
总计:				1903116.8	16598732.3	100.0000	100.0000

3.2 粗酚蒸馏苯酚、混甲酚、混二甲酚

过程监控，可用 RB-50 色谱柱可缩短分析周期， 整体分析周期可缩短至 20min。

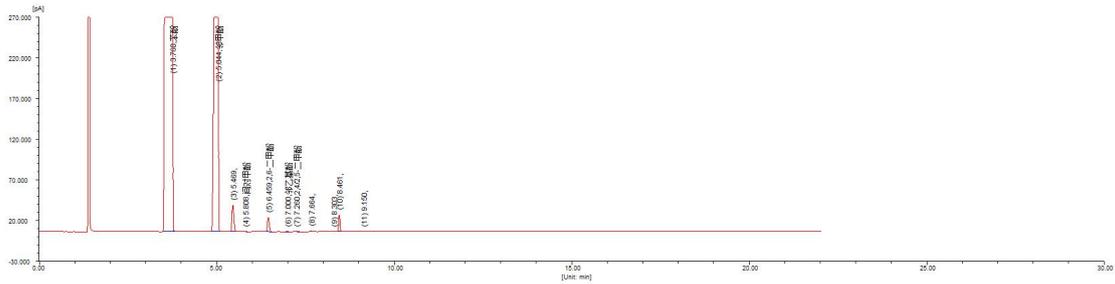


放大图:



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[pA]	峰面积[pA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		1.954	0.035	2622.2	8353.6	0.0460	0.0460
2		2.220	0.050	918.4	3246.9	0.0179	0.0179
3		2.676	0.087	1009.3	5511.5	0.0303	0.0303
4		3.363	0.071	1037.2	4838.7	0.0266	0.0266
5	苯酚	3.637	0.070	1599965.2	6744249.1	37.1135	37.1135
6		4.278	0.051	4855.9	15948.9	0.0878	0.0878
7	邻甲酚	4.987	0.068	529724.9	2248954.7	12.3760	12.3760
8	间对甲酚	5.601	0.115	868476.6	6086860.2	33.4959	33.4959
9		5.819	0.073	1030.0	4872.1	0.0268	0.0268
10	2,6-二甲酚	6.462	0.057	30342.4	111016.8	0.6109	0.6109
11		6.600	0.055	1259.6	4471.2	0.0246	0.0246
12	邻乙基酚	6.999	0.049	11892.1	37771.5	0.2079	0.2079
13	2,4/2,5-二甲酚	7.272	0.074	247608.7	1079809.2	5.9422	5.9422
14	3,5-二甲酚/间对乙基	7.688	0.059	307577.1	1142568.2	6.2875	6.2875
15		8.024	0.041	31336.0	81980.3	0.4511	0.4511
16	3,4-二甲酚	8.300	0.038	72725.5	179275.8	0.9866	0.9866
17		8.464	0.040	1797.2	4801.4	0.0264	0.0264
18		8.616	0.041	6771.9	17730.2	0.0976	0.0976
19		8.754	0.035	4364.2	9853.2	0.0542	0.0542
20		8.841	0.041	13712.2	37410.6	0.2059	0.2059
21		9.094	0.034	3626.3	7487.6	0.0412	0.0412
22		9.148	0.036	24960.3	58654.5	0.3228	0.3228
23		9.306	0.036	5859.3	13989.1	0.0770	0.0770
24		9.377	0.034	5428.9	12047.9	0.0663	0.0663
25		9.540	0.047	3560.1	10806.1	0.0595	0.0595
26		9.802	0.043	810.4	2173.1	0.0120	0.0120
27		9.875	0.036	10039.2	25419.6	0.1399	0.1399
28		9.974	0.072	1304.3	4906.7	0.0270	0.0270
29		10.152	0.033	1602.5	3405.1	0.0187	0.0187
30		10.247	0.053	2016.3	6840.8	0.0376	0.0376
31		10.375	0.077	560.5	2594.5	0.0143	0.0143
32		10.484	0.033	17963.9	40207.5	0.2213	0.2213
33		10.551	0.040	896.7	2197.3	0.0121	0.0121
34		10.717	0.032	18961.0	42391.0	0.2333	0.2333
35		10.790	0.030	6564.7	12746.6	0.0701	0.0701
36		10.857	0.050	797.7	2484.4	0.0137	0.0137
37		10.982	0.032	676.2	1397.9	0.0077	0.0077
38		11.080	0.042	1199.6	3064.0	0.0169	0.0169
39		11.136	0.051	760.5	2489.5	0.0137	0.0137
40		11.440	0.034	1424.7	2956.0	0.0163	0.0163
41		11.564	0.044	952.0	2609.4	0.0144	0.0144
42		11.621	0.026	870.5	1395.1	0.0077	0.0077
43		11.802	0.050	1142.9	3037.8	0.0167	0.0167
44		12.664	0.029	4207.2	7986.8	0.0440	0.0440
45		12.869	0.028	22189.3	39940.9	0.2198	0.2198
46		12.966	0.029	7486.3	13989.2	0.0770	0.0770
47		13.030	0.030	1026.9	1946.3	0.0107	0.0107
48		13.215	0.030	1242.1	2546.4	0.0140	0.0140
49		15.405	0.029	5740.1	10713.5	0.0590	0.0590
	总计:			3892896.7	18171948.9	100.0000	100.0000

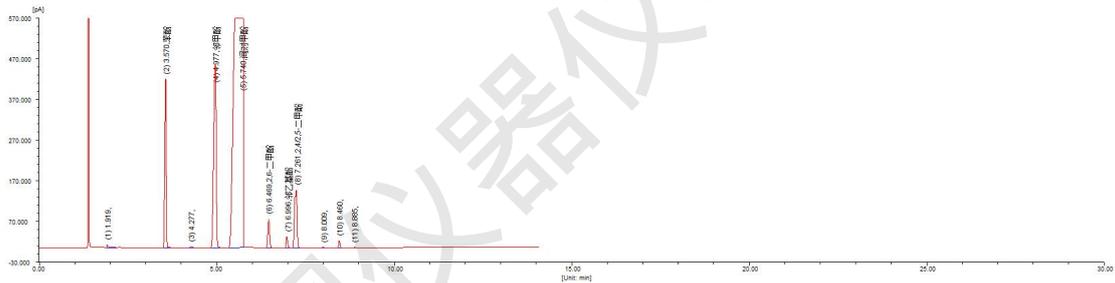
1) 苯酚分析



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	
1	苯酚	3.760	0.138	3796511.5	30997606.2	82.6257	82.6257	
2	邻甲酚	5.044	0.088	1162675.9	6261200.4	16.6895	16.6895	
3		5.469	0.058	33229.1	123598.3	0.3295	0.3295	
4	间对甲酚	5.808	0.067	417.2	1738.5	0.0046	0.0046	
5	2,6-二甲酚	6.459	0.058	17793.6	65514.8	0.1746	0.1746	
6	邻乙基酚	7.000	0.050	328.1	1031.6	0.0027	0.0027	
7	2,4/2,5-二甲酚	7.260	0.082	578.0	2816.3	0.0075	0.0075	
8		7.664	0.051	1435.8	4809.7	0.0128	0.0128	
9		8.303	0.040	479.8	1237.1	0.0033	0.0033	
10		8.461	0.040	21590.7	55117.5	0.1469	0.1469	
11		9.150	0.035	461.3	1027.8	0.0027	0.0027	
				总计:	5035501.0	37515703.1	100.0000	100.0000

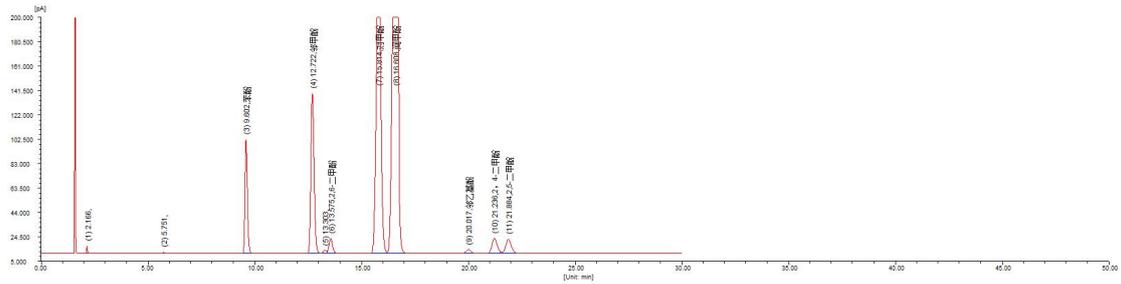
2) 一甲酚分析

(1) 邻甲酚分析



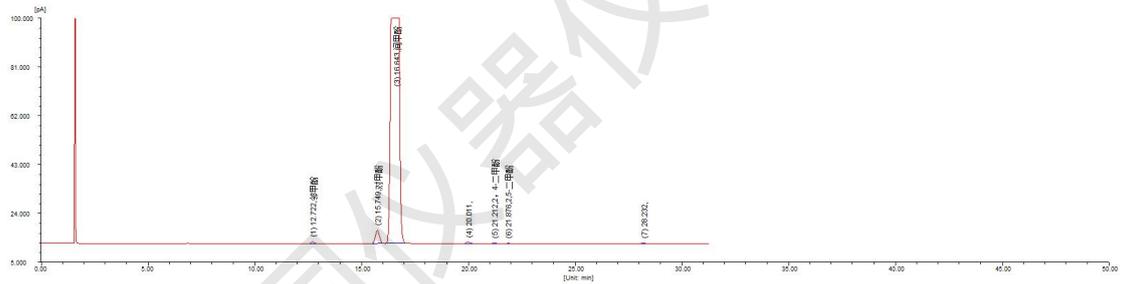
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	
1		1.919	0.039	7124.7	21707.8	0.0962	0.0962	
2	苯酚	3.570	0.046	416502.7	1200768.9	5.3233	5.3233	
3		4.277	0.065	2138.7	8762.3	0.0388	0.0388	
4	邻甲酚	4.977	0.080	450086.5	2206988.3	9.7842	9.7842	
5	间对甲酚	5.740	0.192	1585080.2	18040407.7	79.9781	79.9781	
6	2,6-二甲酚	6.469	0.053	70909.0	239224.2	1.0605	1.0605	
7	邻乙基酚	6.996	0.047	27463.2	82756.4	0.3669	0.3669	
8	2,4/2,5-二甲酚	7.261	0.084	142259.7	707054.4	3.1346	3.1346	
9		8.009	0.045	522.1	1672.5	0.0074	0.0074	
10		8.460	0.039	18336.1	45748.9	0.2028	0.2028	
11		8.885	0.037	685.0	1605.5	0.0071	0.0071	
				总计:	2721107.9	22556694.9	100.0000	100.0000

(2) 混间对甲酚分析



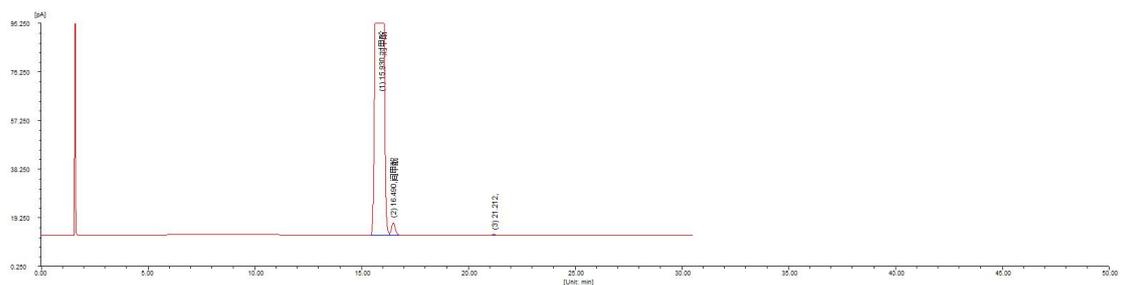
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		2.166	0.038	5987.1	14480.5	0.1035	0.1035
2		5.751	0.070	1061.1	4848.5	0.0346	0.0346
3	苯酚	9.602	0.119	90985.4	706170.7	5.0461	5.0461
4	邻甲酚	12.722	0.159	127671.1	1324833.5	9.4669	9.4669
5		13.303	0.175	2345.6	22839.1	0.1632	0.1632
6	2,6-二甲酚	13.575	0.176	12109.5	139887.7	0.9996	0.9996
7	对甲酚	15.814	0.214	264384.3	3675694.0	26.2655	26.2655
8	间甲酚	16.608	0.224	522763.2	7651580.2	54.6762	54.6762
9	邻乙基酚	20.017	0.251	2900.6	45954.9	0.3284	0.3284
10	2,4-二甲酚	21.236	0.270	12008.8	208220.2	1.4879	1.4879
11	2,5-二甲酚	21.884	0.276	11221.3	199853.4	1.4281	1.4281
			总计:	1053438.0	13994362.8	100.0000	100.0000

(3) 间甲酚精馏成品分析



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	邻甲酚	12.722	0.155	769.0	7661.6	0.0719	0.0719
2	对甲酚	15.749	0.207	5270.6	69884.0	0.6562	0.6562
3	间甲酚	16.643	0.236	690819.3	10556121.8	99.1190	99.1190
4		20.011	0.242	561.6	8819.9	0.0828	0.0828
5	2,4-二甲酚	21.212	0.265	145.9	2460.4	0.0231	0.0231
6	2,5-二甲酚	21.876	0.263	87.8	1636.8	0.0154	0.0154
7		28.232	0.345	143.4	3360.2	0.0316	0.0316
			总计:	697797.7	10649944.2	100.0000	100.0000

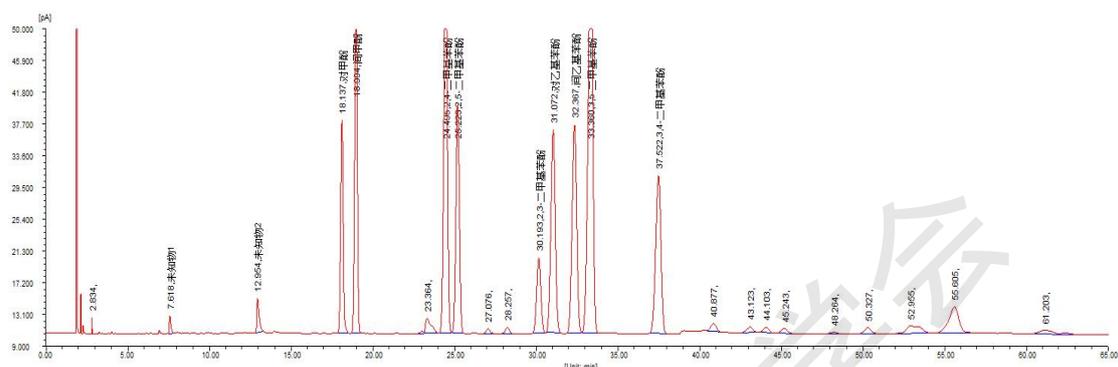
(4) 对甲酚精馏成品分析



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	对甲酚	15.930	0.239	662764.5	10257800.9	99.3660	99.3660
2	间甲酚	16.490	0.190	4898.0	60481.9	0.5859	0.5859
3		21.212	0.258	297.9	4967.5	0.0481	0.0481
总计:				667960.5	10323250.1	100.0000	100.0000

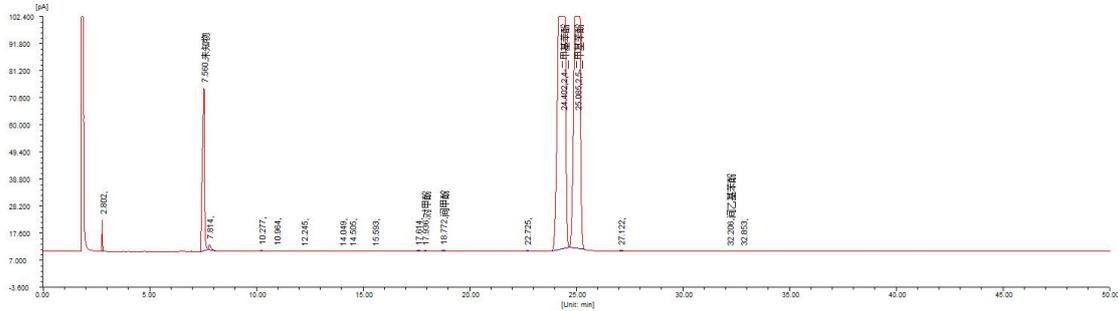
3) 二甲酚分析

(1) 粗混二甲酚分析



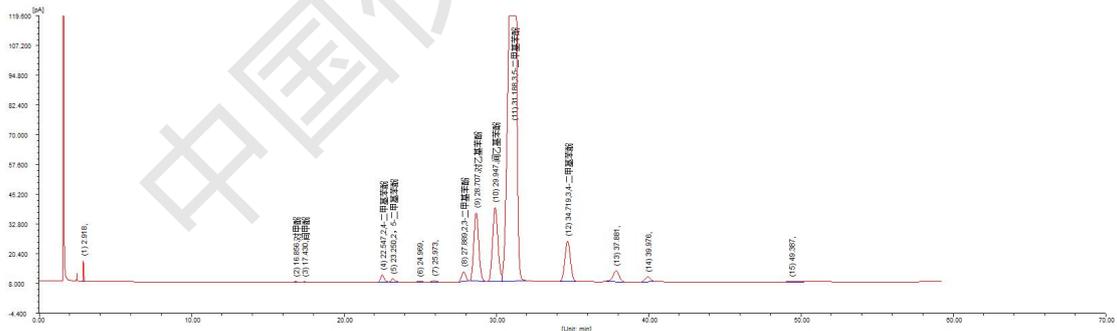
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	峰类型
1		2.834	0.025	2135.6	3536.3	0.0684	0.0684	BB
2	未知物1	7.618	0.104	2377.1	17248.4	0.3336	0.3336	BB
3	未知物2	12.954	0.154	4465.2	46485.4	0.8991	0.8991	BB
4	对甲酚	18.137	0.165	27517.7	295784.2	5.7212	5.7212	BB
5	间甲酚	18.994	0.169	46135.0	499589.9	9.6633	9.6633	BB
6		23.364	0.349	2002.2	51778.7	1.0015	1.0015	BB
7	2,4-二甲基苯酚	24.495	0.230	51705.7	757168.9	14.6455	14.6455	BV
8	2,5-二甲基苯酚	25.223	0.231	29653.8	435920.7	8.4318	8.4318	VB
9		27.076	0.260	615.4	10231.6	0.1979	0.1979	BB
10		28.257	0.271	834.4	14505.5	0.2806	0.2806	BB
11	2,3-二甲基苯酚	30.193	0.282	9780.5	174722.8	3.3796	3.3796	BB
12	对乙基苯酚	31.072	0.293	26215.1	490676.8	9.4909	9.4909	BB
13	间乙基苯酚	32.367	0.308	26906.4	529827.0	10.2481	10.2481	BV
14	3,5-二甲基苯酚	33.360	0.317	50776.6	1027304.5	19.8706	19.8706	VB
15	3,4-二甲基苯酚	37.522	0.351	20397.4	455368.0	8.8079	8.8079	BB
16		40.877	0.392	1083.3	27956.4	0.5407	0.5407	BB
17		43.123	0.453	820.8	23526.6	0.4551	0.4551	BB
18		44.103	0.413	751.3	19359.4	0.3745	0.3745	BB
19		45.243	0.434	673.5	18359.7	0.3551	0.3551	BB
20		48.264	0.432	192.2	5193.9	0.1005	0.1005	BB
21		50.327	0.488	807.8	24966.5	0.4829	0.4829	BB
22		52.955	1.051	969.2	58155.1	1.1249	1.1249	BB
23		55.605	0.636	3395.5	147522.2	2.8534	2.8534	BB
24		61.203	0.987	471.0	34789.9	0.6729	0.6729	BB
总计:				310682.6	5169978.3	100.0000	100.0000	

(2) 混二甲酚蒸馏产物 2, 4/2, 5-二甲酚分析



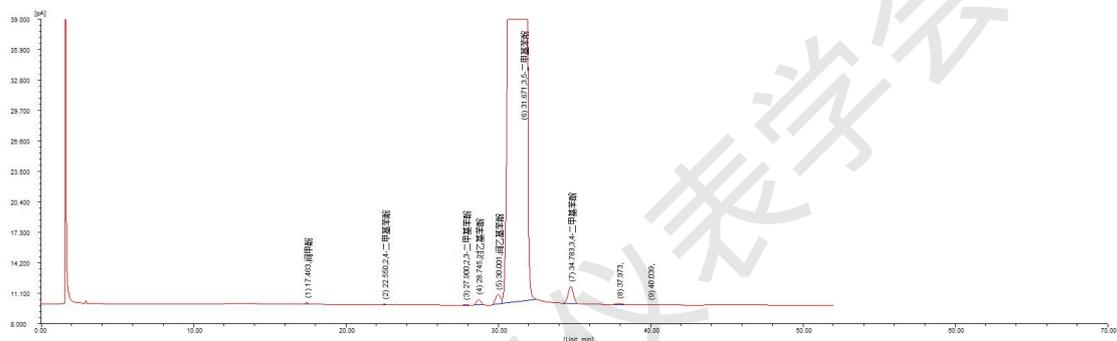
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	峰类型
1		2.802	0.025	12379.9	21472.8	0.2608	0.2608	BB
2	未知物	7.560	0.117	63559.8	453062.5	5.5029	5.5029	BB
3		7.814	0.089	2213.2	14316.4	0.1739	0.1739	BB
4		10.277	0.093	790.6	4748.9	0.0577	0.0577	BB
5		10.964	0.096	263.4	1635.6	0.0199	0.0199	BB
6		12.245	0.113	36.6	298.4	0.0036	0.0036	BB
7		14.099	0.184	42.7	469.4	0.0057	0.0057	BB
8		14.505	0.122	70.6	546.7	0.0066	0.0066	BB
9		15.993	0.141	157.8	1434.5	0.0174	0.0174	BB
10		17.614	0.174	478.5	5102.4	0.0620	0.0620	BB
11	对甲酚	17.936	0.152	325.9	3017.2	0.0366	0.0366	BB
12	间甲酚	18.772	0.170	577.6	6279.4	0.0763	0.0763	BB
13		22.725	0.233	351.0	5375.0	0.0653	0.0653	BB
14	2,4-二甲基苯酚	24.402	0.267	265923.5	4518511.0	54.8821	54.8821	BB
15	2,5-二甲基苯酚	25.085	0.232	215766.1	3187683.3	38.7178	38.7178	BB
16		27.122	0.258	317.5	5151.8	0.0626	0.0626	BB
17	间乙基苯酚	32.206	0.309	160.8	3062.4	0.0372	0.0372	BB
18		32.853	0.268	56.9	951.3	0.0116	0.0116	BB
总计:				563472.3	8233118.6	100.0000	100.0000	

(3) 混二甲酚蒸馏产物 3, 5-二甲酚粗品分析



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		2.918	0.048	8632.9	29483.5	0.3119	0.3119
2	对甲酚	16.856	0.173	129.6	1385.5	0.0147	0.0147
3	间甲酚	17.430	0.172	138.1	1442.7	0.0153	0.0153
4	2,4-二甲基苯酚	22.547	0.263	2969.2	49839.6	0.5273	0.5273
5	2,5-二甲基苯酚	23.250	0.263	1374.5	22967.7	0.2430	0.2430
6		24.969	0.285	297.7	5137.6	0.0544	0.0544
7		25.973	0.295	578.7	10654.3	0.1127	0.1127
8	2,3-二甲基苯酚	27.889	0.314	4101.2	81039.5	0.8573	0.8573
9	对乙基苯酚	28.707	0.352	28741.7	649326.2	6.8693	6.8693
10	间乙基苯酚	29.947	0.379	30857.3	745756.2	7.8894	7.8894
11	3,5-二甲基苯酚	31.188	0.455	247598.3	7213107.6	76.3084	76.3084
12	3,4-二甲基苯酚	34.719	0.393	17009.8	428515.3	4.5333	4.5333
13		37.881	0.448	4678.8	141002.6	1.4917	1.4917
14		39.976	0.448	2157.9	60312.9	0.6381	0.6381
15		49.387	2.289	130.1	12607.2	0.1334	0.1334
			总计:	349395.8	9452578.1	100.0000	100.0000

①3, 5-二甲酚精馏成品分析



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	间甲酚	17.463	0.193	173.1	2128.2	0.0110	0.0110
2	2,4-二甲基苯酚	22.550	0.235	78.2	1137.2	0.0059	0.0059
3	2,3-二甲基苯酚	27.900	0.313	69.2	1357.5	0.0070	0.0070
4	对乙基苯酚	28.745	0.357	578.3	12853.6	0.0666	0.0666
5	间乙基苯酚	30.001	0.441	992.3	23437.1	0.1215	0.1215
6	3,5-二甲基苯酚	31.671	0.669	460218.9	19201788.9	99.5380	99.5380
7	3,4-二甲基苯酚	34.783	0.390	1745.8	43319.1	0.2246	0.2246
8		37.973	0.441	132.6	3647.9	0.0189	0.0189
9		40.039	0.464	43.5	1234.0	0.0064	0.0064
			总计:	464032.0	19290902.7	100.0000	100.0000