

GC-MS 在导热油合成分析中的应用

谢明军 郝善婷 蒋燕

(北京燕山石油化工公司研究院 北京 102550)

导热油是一种热量的传递剂, 利用导热油是在两个不同温度物质之间通过热交换接触和循环, 来进行间接传热的过程。由于导热油作为热载体具有加热均匀、安全稳定、温度易于控制和传热效率高等优点, 近几十年来, 它在石油、化学化工、造纸、食品和新材料工业中得到广泛的应用。本文应用 GC-MS 对本单位合成的 YD-360 导热油进行从原料、中间产物到最终产品的分析评价, 充当了合成工艺的“眼睛”的作用。

1 实验部分

仪器: TS-250 色谱-质谱联用仪 (英国 MICROMASS 公司), 主要测定条件: 离子源 EI; 离子源温度: 200℃; 传输线温度: 280℃, 离化电压: 70eV, 分辨率: 500; 色谱柱: BPX-5 交联毛细管柱 50Mx0.32mm, 柱前压: 10psi, 气化室温度: 350℃, 分流比: 100/1, 柱温: 初温 250℃, 然后以 5℃/min 升温至 300℃ (三环), 进样量: 0.4μL。

2 结果与讨论

(1) C₉ 重芳烃的分析 合成所用原料 C₉ 为燕化公司炼油厂铂重整抽提后重芳烃, 其主要组分是三甲苯, 从定性定量结果可以看出, C₉ 芳烃组成复杂, 有四十余个组份, 但主要为三甲苯和甲乙苯, 1,3,5-三甲苯(均)、1,2,4-三甲苯(偏)、1,2,3-三甲苯(连)三者之和为 56.95%, 邻、间、对甲乙苯占 28.02%,

(2) C₉ 芳烃中异构体的区分 C₉ 芳烃中许多组分是同分异构体, 质谱是靠质量碎片来定性的, 而同分异构体几乎有相同的质量碎片, 也就是说它们的质谱图几乎完全一样, 这给结构确定带来了很大的困难, 作为主要参与反应的三甲苯、甲乙苯需要准确定性。根据谱图解析知识及断裂碎片的稳定性, 结合化合物的物性参数, 对参与反应的几乎所有组分进行准确指认。

(3) C₉ 原料在反应中的变化 将未反应完的 C₉ 原料从反应器中蒸出, 重新与苯氯反应, 本文考查了原料中各组分的变化情况, 三甲苯的含量随着反应次数的增加而逐渐减少, 反应到第四次的时候, 它们的含量已经接近于零; 三甲苯、异丙苯、正丙苯、甲乙苯的含量随着反应次数的变化如下图, 甲苯、二甲苯的变化趋势与甲乙苯类似, 这种趋势变化说明合成反应所使用的催化剂对三甲苯的选择性很好。

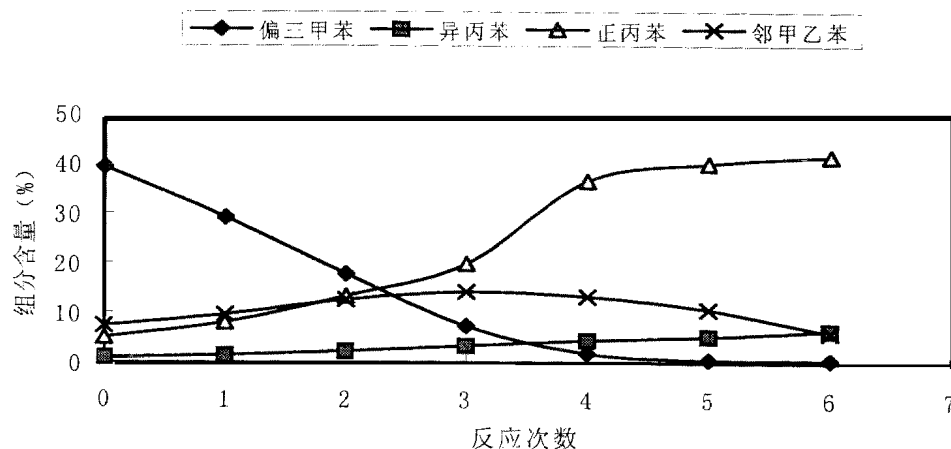


图 1 反应物料含量随反应次数变化

(4) 二环、三环化合物的分析

合成反应的反应原理为三甲苯与苕氯反应生成二环化合物，二环化合物再与苕氯反应生成三环化合物，由于原料组分较多，且不同程度地参与反应，所以产物的组分将不会是单一的，讨论了二环、三环化合物的断裂机理，根据断裂机理对二环、三环化合物的结构进行了确认。

3 结论

通过上述分析可知，东炼铂重整 C_9 芳烃主要为三甲苯 (56.95%) 甲乙苯 (28.02%)，是合成 YD-360 高温导热油的合适的原料。从 C_9 原料在反应中的变化可知此反应为选择性反应，并从中可知化合物的反应顺序；用质谱谱图解析对 C_9 原料中各化合物的详细结构进行了指认，并确定了二环、三环化合物的结构，该结构与预想结构一致；通过对质谱图的解析及断裂机理的推断，参照物性参数可以确定异构体的结构。

Application of GC/MS on Analysis of Synthetic Heat Conduction Oil

Xie Mingjun, Hao Shanting, Jiang Yan

(Research Institute of Beijing Yanshan Petrochemical Co.Ltd, Beijing 102550, China)

Abstract

The raw materials, intermediates and final products of Yanshan YD-Series heat transfer medium were analyzed and evaluated by GC/MS in the paper.