

煤焦油成分的气相色谱-质谱法分析

侯一斌 杜庆新

(黑龙江省公安厅 哈尔滨 150008)

梁拯芬 吕克非

(黑龙江省分析测试中心 哈尔滨 150050)

[摘要]本文用气相色谱-质谱法对煤焦油进行了分析,确定出91种化合物,脂肪族和芳香族化合物分别为32种和59种。

关键词:煤焦油 组分 色谱-质谱法

煤焦油是煤干馏的副产物,对煤焦油进行成分和结构分析可以为煤焦油的综合利用提供基础资料。国内外已有一些关于煤焦油分析方法的报道,主要有荧光分光光度法^[1]、核磁共振法^[2,3]、气相色谱法^[4-6]、高效液相色谱法^[7,8]、气相色谱-付里叶变换红外光谱法^[9]和气相色谱-质谱法^[2,10-14]。由于煤焦油的成分非常复杂,煤焦油的分析用气相色谱-质谱法最为有效。本文用气相色谱-质谱法分析了煤焦油的成分,分析结果比较满意。

1 实验部分

1.1 样品:某煤气厂的副产物煤焦油。

1.2 仪器:美国惠普公司 HP5988A 气相色谱-质谱仪。

1.3 分析条件:25m×0.2mmHP-1 色谱柱;进样口温度 350℃;柱温 100℃—20℃/min—300℃(15min);接口温度 280℃;离子源温度 200℃;载气 He;柱前压 10psi;电子能量 70eV;扫描范围 40~500amu;进样量 0.1μL;分流比 10:1。

1.4 定性分析:将实测的样品质谱图与 EPA/NIH Mass Spectral Data Base 中的标准谱图比较或进行 NBS 谱库检索。

1.5 定量分析:将总离子色谱图进行面积归一化积分,得出各个峰的相对含量。

2 结果和讨论

图1为样品的总离子色谱图,有近100个色谱峰,根据质谱图可以看出有些色谱峰不是单一组分的峰。我们从84个色谱峰中确定出了91种化合物,但有些异构体无法区别。所确定的化合物名称和相对含量列于表1,所定性的91种化合物的相对含量为98.35%。从族组成分类看,脂肪族化合物有32种,相对含量为53.01%,主要为正构饱和烷烃。芳

1995年12月20日收

香族化合物有 59 种, 相对含量为 45.34%, 主要为苯、萘、蒽、蒾、菲及其取代物。

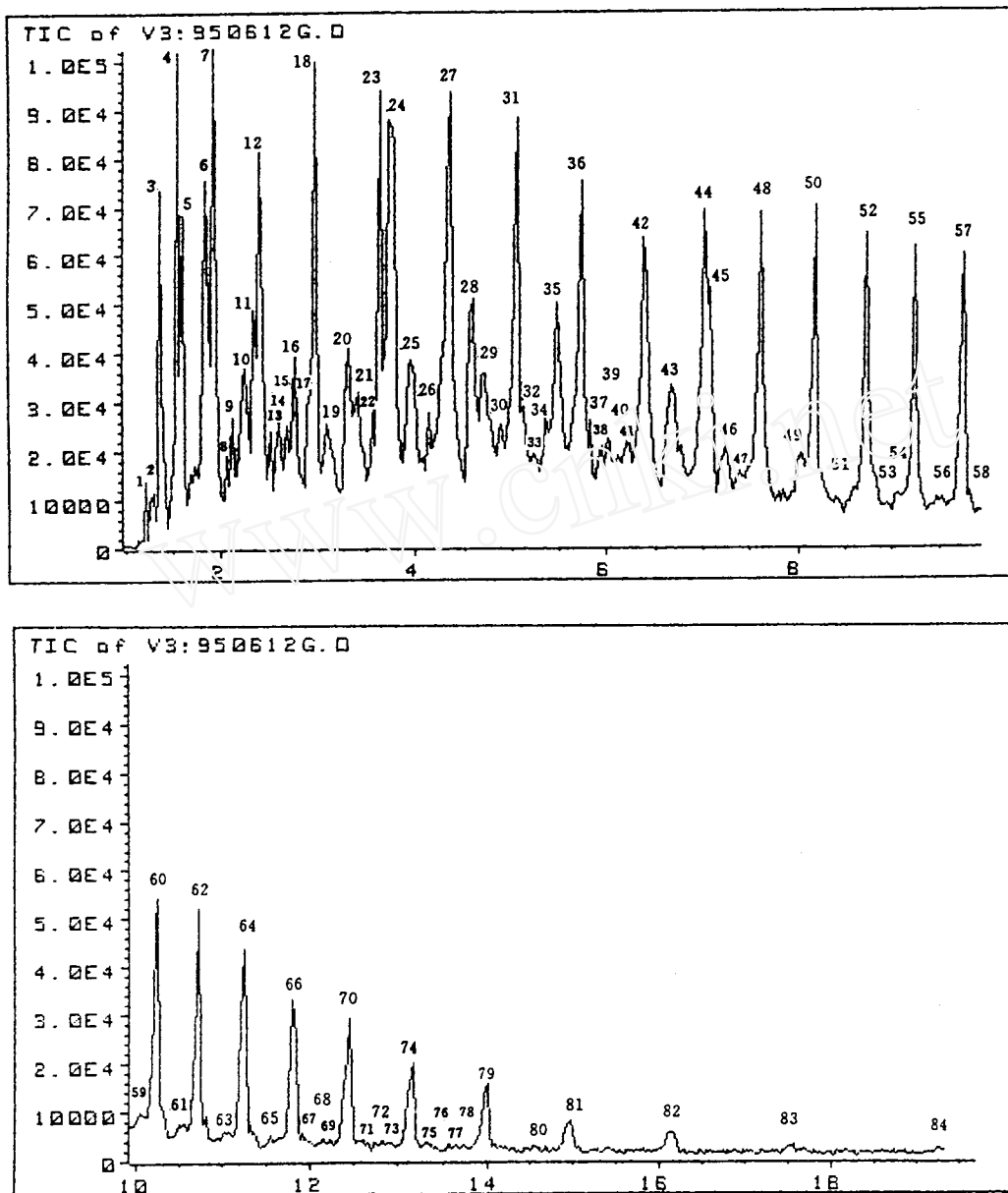


图1 煤焦油的总离子色谱图

表1 定性结果和相对百分含量

峰编号	化合物名称	相对百分含量	峰编号	化合物名称	相对百分含量
1	正丁烷	0.19	43	蒽	2.41
2	正戊烷	0.26	44	正十七烷	3.15

峰编号	化合物名称	相 对 百分含量	峰编号	化合物名称	相 对 百分含量
3	正己烷、苯	1.39	45	1,6-二甲基-4-异丙基萘	0.70
4	正庚烷、甲苯	1.52	46	4-甲氧基-1,1'-联苯	1.10
5	正辛烷	1.30	47	9-甲基芴	0.58
6	二甲苯	2.15	48	正十八烷	3.15
7	正壬烷	2.24	49	蒽、菲	1.06
8	三甲苯	0.34	50	正十九烷	2.65
9	1,2-二甲基环-1-庚烯	0.51	51	4,5-二乙基-1,1'-联苯	0.49
10	三甲苯	1.57	52	正二十烷	2.46
11	三甲苯	1.02	53	4-甲基菲	0.30
12	正癸烷	1.78	54	9-甲基蒽	0.39
13	丙基苯	0.48	55	正二十一烷	2.14
14	异丙基苯	0.79	56	2-乙基萘	0.65
15	2-丙烯基苯、苯酚	0.54	57	正二十二烷	2.09
16	1-丙炔基苯、1,2-二乙基萘	1.27	58	比	0.50
17	1-甲基-2-异丙基苯	0.30	59	萘并茈	0.56
18	正十一烷	2.35	60	正二十三烷	2.06
19	甲基丙基苯、甲基苯酚	1.46	61	苯并[b]芴	0.49
20	甲基苯酚	1.50	62	正二十四烷	1.80
21	甲基丙基苯	1.32	63	2-甲基茈	0.36
22	正十二烯-1	0.50	64	正二十五烷	1.67
23	正十二烷	2.19	65	4-甲基茈	0.14
24	萘	4.13	66	正二十六烷	1.46
25	二甲基苯酚	2.34	67	苯并菲	0.14
26	2,3-二氢-4,7-二甲基茈	0.58	68	三苯围苯	0.18
27	正十三烷	4.84	69	萘并萘	0.13
28	甲基萘	2.03	70	正二十六烷	1.26
29	甲基萘	1.94	71	甲基苯并蒽	0.06
30	甲氧基萘酚	0.82	72	甲基苯并菲	0.14
31	正十四烷	3.00	73	甲基苯并菲	0.08
32	甲氧基萘酚	0.83	74	正二十八烷	0.81
33	二甲基萘	0.70	75	二甲基苯并蒽	0.14
34	二甲基萘	0.80	76	二甲基苯并蒽	0.08
35	二甲基萘	2.35	77	二甲基苯并菲	0.08
36	正十五烷	2.83	78	二甲基菲	0.07
37	1,5-二甲氧基萘	0.80	79	正二十九烷	0.75
38	联苯	0.63	80	苯并茈	0.11
39	1,7-二甲氧基萘	0.80	81	正三十烷	0.43
40	三甲基萘	0.48	82	正三十一烷	0.31
41	二苯并呋喃、二苯醚	0.90	83	正三十二烷	0.11
42	正十六烷	3.35	84	正三十三烷	0.07

参 考 文 献

- 1 颜诵捷等. 华东化工学院学报, 1992, 18(2), 192
- 2 尉迟斌, 张如良. 燃料化学学报, 1988, 10(2), 181
- 3 A M Vassallo *et al.* Anal Chem, 1987, 59(4), 558
- 4 肖国华等. 燃料与化工, 1988, 19(2), 36
- 5 V A Gerasimenko *et al.* J Chromatogr 1981, 208(1), 9
- 6 J Macak *et al.* J Chromatogr, 1981, 209(3), 472
- 7 Y Hirata *et al.* Anal Chim Acta, 1981, 127, 55
- 8 B A Dew, S C F Robinson. Fuel 1985, 64(6), 861
- 9 M J Zhang *et al.* Chromatographia 1992, 33(3/4), 333
- 10 沈椿芳等. 华东化工学院学报, 1986, 12(3), 333
- 11 P Burhill *et al.* J Chromatogr. 1982, 242(1), 51
- 12 M Novotey *et al.* Chromatographia, 1987, 15(6), 374
- 13 E B Caramao *et al.* Fuel Sci Technol Int, 1990, 8(3), 68
- 14 M Blazso. Trends Anal Chem, 1987, 6(9), 246

Analysis of Coal Tar by GC/MS

Hou Yibin, Du Qingxin

(Public Security Bureau of Heilongjiang Province,
Harbin 150008, China)

Liang Zhenfen, Lu Kefei

(Analysis and Test Center of Heilongjiang Province,
Harbin 150050, China)

Received 1995-12-20

Abstract

Analysis of coal tar was carried out by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). 91 compounds were identified, 32 and 59 kinds of which are aliphatics and aromatics, respectively.

Key Words: coal tar, components, GC/MS