

解决方案 | 气相色谱法测定 N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 纯度

N,N-二甲基甲酰胺, 简称 DMF, 是一种优良的工业溶剂和有机合成材料。其在聚丙烯腈纤维纺丝、乙炔的选择性吸收和丁二烯的分离精制及人造革生产等有着重要的作用。DMF 的纯度直接影响产品生产的效率和质量, 同时, 在有机合成过程中, 其纯度直接影响中间体及产品的纯度和质量, 因此, DMF 的纯度检测十分必要。

目前, 国内测定 DMF 的标准主要有 GB/T17521-1998 《化学试剂 N,N-二甲基甲酰胺》和 HG/T2028-2009 《工业用二甲基甲酰胺》, 其分别采用氢火焰检测器填充柱气相色谱法和氢火焰检测器毛细管柱气相色谱法。本文参考标准及苏征^[1]等文献, 利用 GC-4100 气相色谱仪、AB-Inowax 毛细管色谱柱、FID 检测器建立测定 DMF 纯度的分析方法, 供相关人员参考。

实验部分

仪器设备

GC-4100 气相色谱仪 (配 FID 检测器)

微量注射器

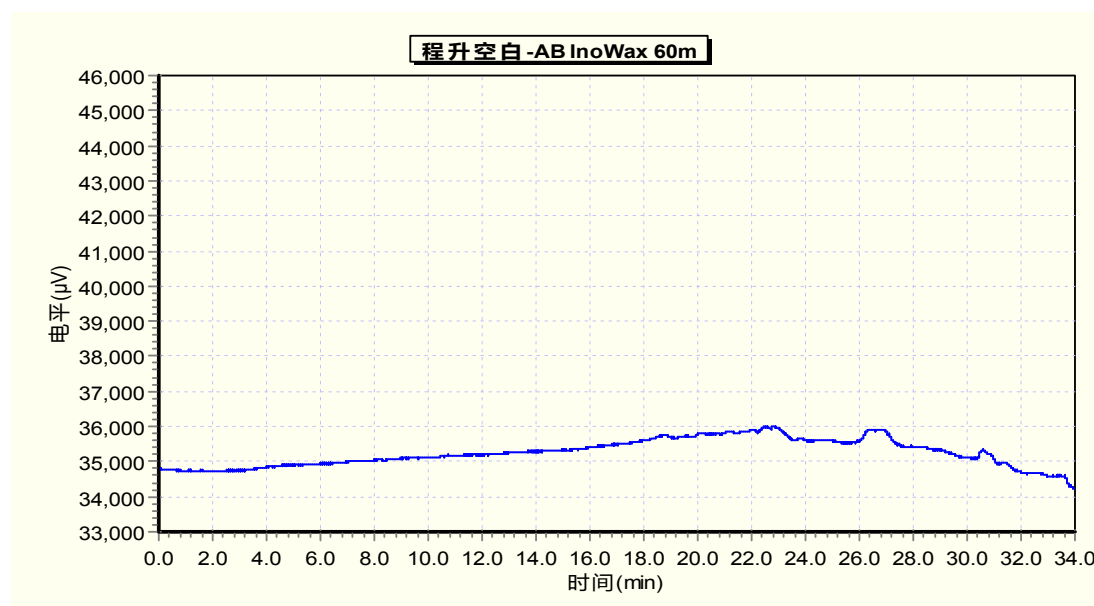
实验条件

柱箱温度	40°C (2min) 5°C/min to 150°C (10min)	检测器名称	氢焰(FID)
进样口温度	250°C	检测器温度	260°C
柱流量	1.5 mL/min	尾吹类型	氮气
分流流量	45.0 mL/min	尾吹流量	20.0 mL/min
色谱柱名称	AB-Inowax	衰减	1
色谱柱规格	60.0m*0.32mm*0.5μm	灵敏度	高
进样量	1μL		

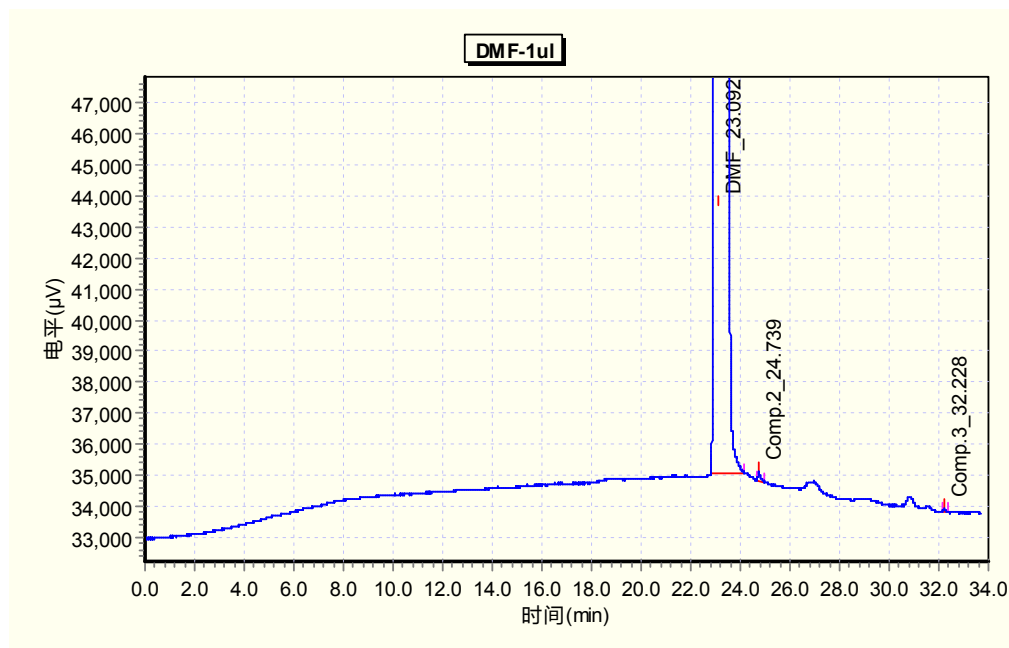
实验结果

开启气相色谱仪，待仪器各项操作条件稳定后，取 1 μL 样品注入气相色谱仪，归一法计算 DMF 含量。同时样品做平行样测定，结果如下：

程序升温空白谱图



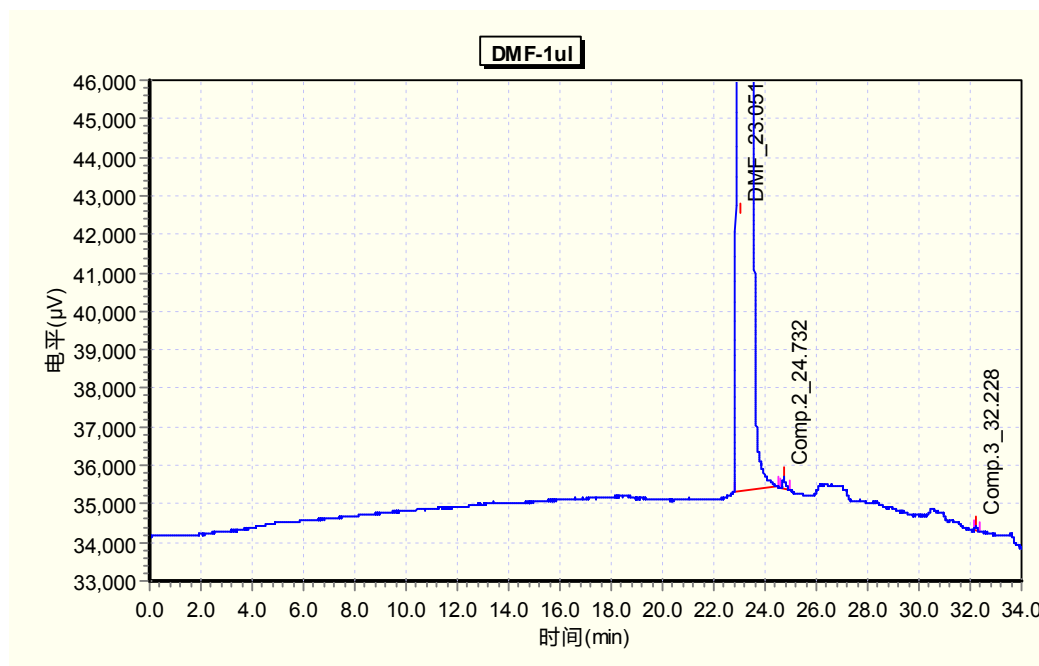
样品谱图-1:



定量方法: 归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	DMF	23.092	1226547	3.4030E+7	99.99%
2	Comp.2	24.739	287	1759	0.0052%
3	Comp.3	32.228	130	824	0.0024%

样品谱图-2:



定量方法： 归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	DMF	23.051	1226024	3.5605E+7	99.99%
2	Comp.2	24.732	321	1976	0.0055%
3	Comp.3	32.228	137	895	0.0025%

实验总结

本文利用 GC-4100 气相色谱仪、氢火焰检测器、AB-Inowax 毛细管色谱柱建立气相色谱法测定 N,N-二甲基甲酰胺纯度的方法。在色谱柱选择上，考虑到 DMF 为强极性物质，其产品含量占绝对优势，其它杂质的含量极低，选用了强极性的 Inowax 毛细管柱。同时，在参考文献的基础上结合现状确定本次实验的操作条件。最后通过实验结果表明，本方法操作简单、结果准确，可供相关人员参考作为 N,N-二甲基甲酰胺纯度检测的方法使用。

参考文献

1. 苏征等. 毛细管气相色谱法测定 N,N-二甲基甲酰胺的纯度及杂质含量[J]. 化学试剂, 2008.30(1):43-45