



含氟化合物全氟三乙胺分析方法 的建立

No.GCMS-019

摘要： 全氟三乙胺是应用非常广泛的全氟叔胺类系列化合物，近年来很多单位尝试合成该系列化合物。人工合成的全氟三乙胺纯度的确定是一个非常重要的问题，需要进行严格的检验分析。本文基于GCMS分析系统，经多次实验得到较好的全氟三乙胺（ $C_6F_{15}N$ ）质谱分析的条件，为今后严格的纯度定量分析奠定基础。

全氟三乙胺（ $C_6F_{15}N$ ）是一种具有广泛用途的无色无臭透明液体，在航天、电子、电力工业中经常用作电绝缘油、导热冷却剂、介电液、精密仪器洗液等，在电子工业也可用作试验溶剂，还可用作人造血代替红细胞的功能。全氟三乙胺沸点 $71^{\circ}C$ 。相对密度1.736，不溶于水或醇，可与苯、三氟三氯乙烷和低碳脂肪烃互溶。对氧和二氧化碳的溶解很大，化学性质与全氟烃相似，对热和各种化学品及金属材料有高度稳定性和化学惰性，良好的润滑及耐磨性，优良的介电性和热传导性，不与许多氧化剂、还原剂、强碱反应，而与熔融碱金属反应，或在 $150\sim 200^{\circ}C$ 下与 $AlCl_3$ ， BF_3 等反应。工业上通常利用溶于无水氟化氢的三乙胺电解氟化、提纯后得产品。近年来，化学合成的方法大大提高了该物质的产率。但是，人工合成的全氟三乙胺纯度的确定是一个非常重要的问题，需要进行严格的检验分析。本文基于GCMS分析系统，经多次实验得到较好的全氟三乙胺质谱分析的条件，为今后严格的纯度定量分析奠定基础。

关键词： GCMS 全氟三乙胺

仪器

GCMS-QP2010 Plus (EI)

分析条件

进样口： $180^{\circ}C$

柱温： $35^{\circ}C$ (5min) $5^{\circ}C/min$ $50^{\circ}C$

$40^{\circ}C/min$ $190^{\circ}C$ (1min)

进样方式：分流(分流比20, 2min后分流比为5)

载气：氦气

色谱柱：Rtx-624 (30m \times 0.32mm \times 1.8 μ m)

载气柱流量：1.8 ml/min

离子源： $200^{\circ}C$

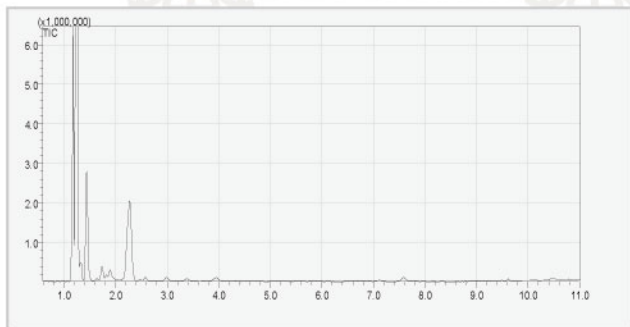
接口： $200^{\circ}C$

进样量：1 μ l

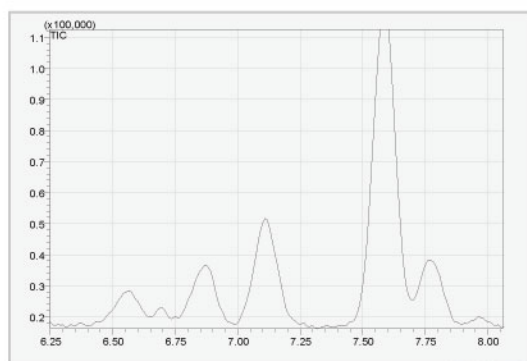
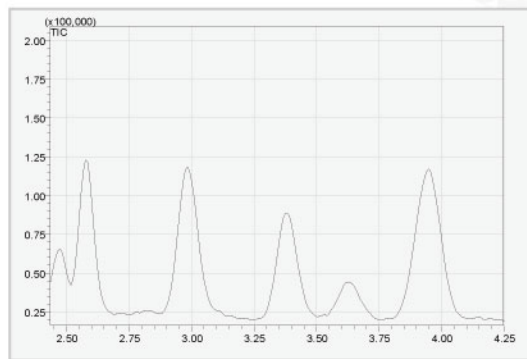
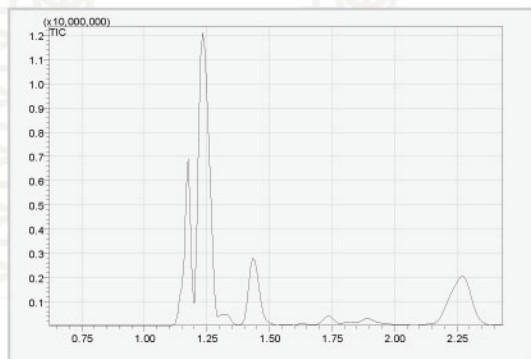
扫描方式 (Scan)：50–500 m/z

分离谱图

该合成样品的组分较难实现分离，在尝试了多种不同类型色谱柱后，最终采用Rtx-624柱，分离谱图如下：



由于各成分含量差异比较大, 所以将该分离谱图分成几部分并放大后呈现如下:



从谱图可以看出该合成样品可以实现很好的分离。保留时间 $RT=1.233\text{min}$ 的峰为全氟代三乙胺该合成物质, 其他的大部分都是一些合成过程中氟代不完全的物质。

■ 结论

通过该方法可以实现全氟三乙胺合成样品的分离分析, 进而也可以得知该物质的产率, 在此基础上就可以对合成方法进行进一步的改进和调整。