

气相色谱法测定电子清洗液中混合醇的含量

李 鑫 李 伟 吴 娟

(河南农业大学理学院, 郑州 450002)

摘 要:建立了气相色谱法测定电子清洗液中混合醇含量的方法。此法具有良好的重现性和线性关系, 相对标准偏差小于 5%, 回收率在 89% ~ 110% 之间, 是一种简便、快速、准确、灵敏的测定方法。

关键词: 气相色谱; 热导检测器; 混合醇

中图分类号: O657.71 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-8143(2007)02-0028-03

Determination of Alcohols in Electronic Detergent By Gas Chromatography

Li Xin Li Wei Wu Juan

(College of Science, Henan Agricultural University, Zhengzhou, He Nan 450002, China)

Abstract: A method for the determination of alcohol in electronic detergent using gas chromatography is presented. The proposed method is simple, fast and accurate with high reproducibility and sensitivity. The relative standard deviations were in the range of 3.25% - 4.32%, the spiked recoveries ranged from 89% to 110%.

Key words: gas chromatography; TCD; alcohol

1 前言

电子设备在工作一定周期后, 必须进行定期的清洗和养护。如计算机不清洗极易导致运算速度下降, 运行失常, 数据传输紊乱, 甚至频繁死机, 尤其对网络影响更大。其实许多故障根本无需维修, 只需进行彻底清洗即可排除故障, 恢复正常。许多控制设备由于发热量大, 一般都采用风扇送风强制冷却, 导致空气中大量的尘埃随着气流带到器件表面, 被强烈的静电吸附在器件上, 长时间运行, 器件上覆盖的尘污越来越厚, 严重影响器件的性能及灵敏度, 导致电器无法正常工作, 甚至烧毁。

早在 80 年代, 欧美等发达国家就发现电子设备必须清洗, 才能保证正常工作, 减少和防患仪器设备的故障和火灾事故, 目前, 美国、英国、德国等发达国家, 早已开始定期对电子设备进行清洗和养护, 电子清洗已形成了制度。甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇是电子清洗液中经常用到的有机物质, 因此, 测定它们在电子清洗液中的含量, 对研制无毒无害, 不会造成环境污染的电子清洗剂具有重要的

作用。

气相色谱聚合物固定相 GDX 系列是二乙烯基苯与苯乙烯交联聚合物多孔小球, 它的最大优点是对极性化合物如: 醇、酮、酸、酯等的分离可以得到满意的分析结果。特别是对水的保留值较小, 峰形窄而对称, 为大量有机物中微量水的定量分析创造了条件^[1]。

热导检测器 (thermal conductivity detector, TCD) 是最早被使用且广泛使用的一种检测器。热导检测器是依据各种化合物都具有不同的热导率, 利用热敏元件 (钨丝或铂丝、铼钨丝等) 组成的平衡电桥测量热导率发生变化的仪器装置。它具有结构简单、性能稳定、灵敏度适宜 (约克/秒)、应用范围广 (可检测有机物及无机物)、不破坏样品等优点, 多用于常量到 10 $\mu\text{g/mL}$ 以上组分的测定。热导池由池体和热敏元件构成, 可分双臂和四臂热导池两种。由于四臂热导池热丝的阻值比双臂热导池增加一倍, 故灵敏度也提高一倍。目前仪器中都采用四根金属丝组成的四臂热导池。其中二臂为

收稿日期: 2006-9-2

作者简介: 李鑫 (1976~), 男, 讲师, 从事有机合成及分析测试方面研究。E-mail: ctianwen@126.com

参比臂,另二臂为测量臂,将参比臂和测量臂接入惠斯登电桥,由恒定的电流加热组成热导地测量线路。纯载气通过电桥中的一臂(参考臂),混有被分离组分的载气通过电桥中的另一臂(测量臂),由于两臂热导率的差别,其电阻值发生变化,电桥产生不平衡电位,以电压的信号输出得到该组分的色谱峰。热导检测器的灵敏度取决于载气和被测物质热导率的差值,差值越大,灵敏度越高,当被测物质的热导率大于载气时,则产生反峰。热导检测器的灵敏度最高可达 10^{-6} 数量级,线性范围约为 105。

目前,醇的测定一般采用氢火焰离子化检测器^[2-5]。由于电子清洗液中含有一定量的水,而氢火焰离子化检测器无法用以检测水分,因此,我们考虑用热导检测器作为气相色谱的检测器。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

日本岛津 GC-14A 气相色谱仪; TCD 检测器; 填充玻璃色谱柱 2.5m $\times$ 5mm (GDX-102);

甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇均为分析纯。

2.2 色谱条件

柱温 110 $^{\circ}\text{C}$, 10 mL/min 至 160 $^{\circ}\text{C}$; 载气 H_2 , 60 mL/min ; 汽化室温度 200 $^{\circ}\text{C}$; 检测器温度 180 $^{\circ}\text{C}$; 电流 100 mA

2.3 定量分析

配制标准溶液,其中,甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇含量与其在实际样品中的含量相近,色谱条件优化后,取 1 μL 标样进行色谱分析,根据峰面积及浓度求出它们的校正因子;在相同条件下,直接取 1 μL 样品分析,根据峰面积计算含量。

2.4 固定相的填装

将填充柱的一端塞好硅烷化的玻璃棉后与真空泵的缓冲瓶连接,另一端与玻璃漏斗连结。将固定相倒入漏斗中,然后,启动真空泵,使漏斗中的固定相抽到填充柱中,同时用小木棍敲填充柱,并转动填充柱,使固定相填充均匀。装满固定相后,停止抽真空,将色谱柱取下,原来连接漏斗的一端塞上硅烷化的玻璃棉,将它连接到色谱进样室。另一端则与检测器连接。

2.5 填充柱的老化

将欲老化的色谱柱入口端与进样室连接,而出口端不要连接到检测器,以免污染检测器。通入载气 N_2 ,使系统中的空气被吹走。将炉温升到 60 $^{\circ}\text{C}$,并保持约 1h,然后以 5 - 10 $^{\circ}\text{C/min}$ 的速率程序升温到色谱柱的最高使用温度以下 30 $^{\circ}\text{C}$ 。并在高温时恒温 1h,直到所记录的基线稳定为止。

3 结果与讨论

3.1 固定相的选择

分别用 PEG-20M, OV-101, OV-17 等做固定相来分离混合醇,都难以取得满意的分离效果。而选用 GDX-102 作为固定相后,不仅分离的峰形好,而且峰没有拖尾,基线基本无漂移。图 1 为四种醇的最佳分离色谱图。

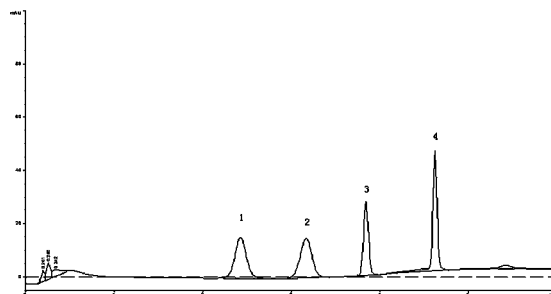


图 1 四种醇的色谱分离图: 1 - 甲醇, 2 - 乙醇, 3 - 异丙醇, 4 - 正丁醇

3.2 柱温的影响

在载气流量一定的条件下,分别以不同的柱箱温度进行实验。经过实验,我们发现柱箱温度太低,色谱峰产生拖尾的现象;柱箱温度太高,色谱峰又分离不完全,分离度低。当柱箱温度为 110 $^{\circ}\text{C}$ 时,四种醇完全分离,并且峰没有拖尾的现象,因此我们选择 110 $^{\circ}\text{C}$ 为柱箱的初始温度。

3.3 载气流量的影响

在柱温一定的条件下,分别以不同的载气流量 30 mL/min , 40 mL/min , 50 mL/min , 60 mL/min , 70 mL/min , 80 mL/min 进行实验。实验表明,载气流量小时,混合醇的出峰时间较迟,峰形拖尾,并且峰宽较大。随分离速度的加快,分离样品中峰的拖尾现象有明显的好转,峰宽减小,但是如果载气流量太大,要分离的样品不完全分离,分离效果差。

当载气流量为 60mL/min 时,分离样品中峰的拖尾现象消失,峰形对称,分离效果好。

3.4 绘制工作曲线

配制甲醇 1% ~ 20%,乙醇 1% ~ 90%,异丙醇 1% ~ 90%,正丁醇 1% - 90%的混合醇标准溶液进行测定,以峰面积的比值分别对甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇的百分比浓度作工作曲线,每个样品重复测定 5 次,所得结果如表 1 所示:

表 1 工作曲线及相关系数

化合物	回归方程	相关系数	RSD (%)
甲醇	$Y = 0.55703 + 2.13506X$	0.9995	4.32
乙醇	$Y = 0.68856 + 2.50407X$	0.9991	3.25
异丙醇	$Y = 0.35482 + 2.45025X$	0.9989	3.68
正丁醇	$Y = 0.20755 + 2.68252X$	0.9975	4.25

3.5 回收率实验

配制已知浓度的混合醇标准样品,并按照样品的检测方法分别作 3 个添加回收测定,每个样品测定 3 次。其中甲醇的回收率在 90% ~ 105%,乙醇

在 94% ~ 108%,异丙醇在 89% ~ 97%,正丁醇在 95% ~ 110%,结果令人满意。

4 结论

由以上实验可知,用 GDX-102 作固定相的填充色谱柱分析电子清洗液中甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇的含量,具有操作简便、分析速度快、分离效果好、结果准确等优点,是一种理想的分析方法。

参考文献

- [1] 于群. 北京轻工业学院学报 [J]. 1999, 17 (2): 51.
- [2] 丁洪生,徐小明,孙艳芬. 理化检验 - 化学分册 [J]. 2005, 41 (9): 665.
- [3] 李春萍. 食品科学 [J]. 2005, 26 (7): 177.
- [4] 徐晓力,徐晓虹,王宣,金耀平. 甘肃环境研究与监测 [J]. 2000, 13 (4): 193.
- [5] 修长泽,孙秀云,刘玉萍,王红梅. 理化检验 - 化学分册, 1999, 35 (9): 422.