

◆ 农药分析 ◆

气相色谱法测定 2-氯-5-氯甲基吡啶废水中 N,N-二甲基甲酰胺含量

王跃凤

(沙隆达郑州农药有限公司, 郑州 450009)

摘要: 采用 3% 聚乙二醇 20000/Chromosorb W AW DMCS (40 ~ 60 μm) 的玻璃填充柱, 以正戊醇为内标物, 在进样口温度 230、检测器温度 230、柱温 200 和载气 (氮气) 流速 40 mL/min 的色谱条件下进行分离, 用氢焰离子化检测器对生产 2-氯-5-氯甲基吡啶的废水中所含 N,N-二甲基甲酰胺进行定量分析。该分析方法的标准偏差为 0.04, 变异系数为 1.26%, 平均回收率为 99.57%, 线性相关系数为: 0.999 9。

关键词: N,N-二甲基甲酰胺; 气相色谱; 分析

中图分类号: O 657.7*1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1671-5284(2007)04-0028-02

GC Determination of N,N-Dimethylformamide in Waste Water

WANG Yue-feng

(The Research Department of Sanonda Zhengzhou Pesticide Co., Ltd., Zhengzhou 450009, China)

Abstract: The quantitative analysis of N,N-dimethylformamide was determined by GC with 3% polyethylene glycol 20000/Chromosorb W AW DMCS (40 to 60 μm) glass column, and by using n-pentanol as internal standard. Separation was conducted at a input port temperature of 230, a detector temperature of 230, a column temperature of 200, and a carrier gas (nitrogen) flow rate of 40 mL/min using FID detector to quantitative analysis N,N-dimethylformamide. The standard deviation was 0.04, variation coefficient was 1.26%, average recovery was 99.57%, liner correlation was 0.999 9.

Key words: N,N-dimethylformamide; gas chromatography; analysis

在生产 2-氯-5-氯甲基吡啶产品的废水中有少量的 N,N-二甲基甲酰胺残留物, 我们对其少量的残留物 N,N-二甲基甲酰胺进行了分析方法研究, 采用了气相色谱法, 对 N,N-二甲基甲酰胺有效成分进行分离和检测。此方法具有简便、迅速、准确、灵敏度高、重现性好的特点, 现已用于废水中少量残留的分析, 效果甚佳。

1 实验部分

1.1 试剂和溶液

无水乙醇: 分析纯;

N,N-二甲基甲酰胺: 98.0% ;

内标物: 正戊醇, 应不含任何干扰该分析的杂质;

固定液: 聚乙二醇 20000;

载体: 101 白色担体 W AW DMCS (40 ~ 60 目)。

1.2 仪器

GC-14B 气相色谱仪: 氢焰离子化检测器;
色谱数据处理机;

色谱柱: 2000 mm \times 4 mm (i.d.) 玻璃柱;

保留时间: N,N-二甲基甲酰胺 10.1 min, 内标物 6.5 min。

收稿日期: 2007-02-08; 修回日期: 2007-06-21

作者简介: 王跃凤 (1960—), 女, 河南省巩义市人, 高级技师, 长期从事农药化工产品分析工作。Tel: E-mail: yuiop518@yahoo.com.cn

1.3 测定步骤

1.3.1 内标溶液的配制

称取正戊醇 1.60 g (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 加无水乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3.2 标准溶液的配制

称取 N,N-二甲基甲酰胺标样 0.08 g (精确至 0.000 2 g), 置于 10 mL 容量瓶中, 用移液管准确移入 5 mL 内标溶液, 摇匀备用。

1.3.3 试样的配制

称取约含 N,N-二甲基甲酰胺 0.08 g 的试样 (精确至 0.000 2 g), 置于 10 mL 容量瓶中, 用与 1.3.2 同一支移液管准确移入 5 mL 内标溶液, 摇匀备用。

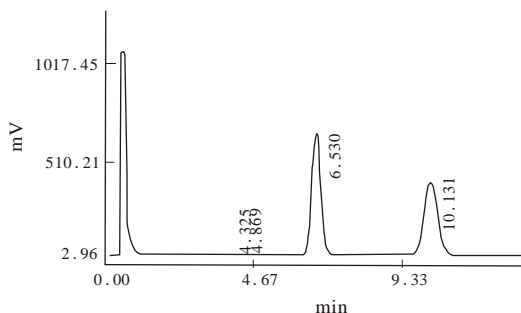


图1 N,N-二甲基甲酰胺标样气相色谱图

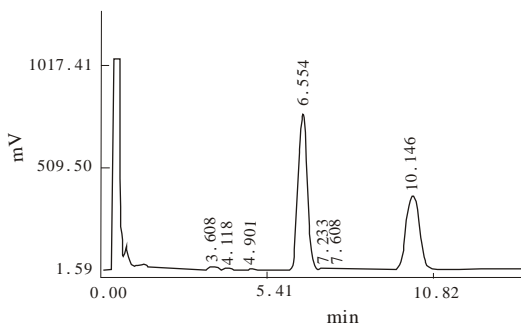


图2 N,N-二甲基甲酰胺样品气相色谱图

2 结果与讨论

2.1 试验方法的确定

此方法的研制是为我公司生产2-氯-5-氯甲基吡啶产品废水中N,N-二甲基甲酰胺含量测定而进行的。我们经过查阅大量的资料, 具体条件未见国内的相关方面报导和说明。经过反复试验, 针对废水中N,N-二甲基甲酰胺选用了气相色谱法, 以氢焰离子化检测器, 用聚乙二醇为固定液, 101白色担体制备色谱柱, 正戊醇做内标物, 进

行定量测定废水中N,N-二甲基甲酰胺含量, 获得了最佳的结果。

2.2 固定液选择及内标物选择

分别对涂渍SE-30、OV-101、OV-17、聚乙二醇20000的色谱柱进行分离效果及其它参数的对比试验, 发现聚乙二醇20000的柱保留时间较短, 分离度、线性范围都较好。在对邻苯二甲酸二丁酯、正二十烷、邻苯二甲酸二辛酯、邻苯二甲酸二环己酯、癸二酸二癸酯、联苯、正戊醇等物质筛选时, 从峰形上显示正戊醇和N,N-二甲基甲酰胺峰相邻, 峰形均匀对称, 且不含有干扰该分析的杂质。

2.3 精密度和准确度

在上述色谱条件下对同一样品进行多次重复测定, 结果表明, 本方法重现性好, 标准偏差为0.04, 变异系数为1.26%。将N,N-二甲基甲酰胺标准品分别加到已准确测定其含量的样品中, 平行测定其含量, 准确度在98.50%~101.08%之间, 平均回收率为99.57%。

2.4 线性关系的测定

配制5个不同比例的N,N-二甲基甲酰胺标准品与内标物的标准溶液, 其质量比用(M_s / M_i)表示, 为横坐标, 面积比用(R_s / R_i)表示, 为纵坐标作图。从线性关系图看出线性关系较好, 回归方程为 $Y = 1.71 X + 0.05$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

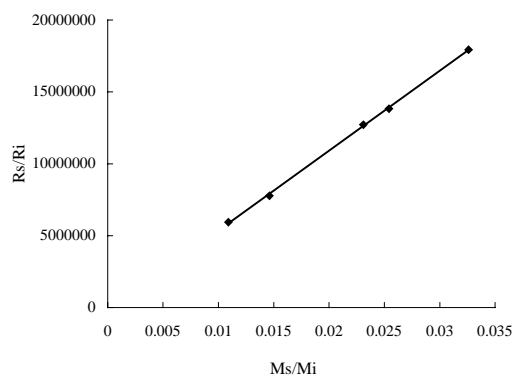


图3 N,N-二甲基甲酰胺线性关系曲线

3 结论

本方法具有较高的准确度和精密度, 并且操作简便、迅速, 是对废水中的N,N-二甲基甲酰胺进行质量检测的理想分析方法。