

气相色谱法测定空气中二甲基甲酰胺时前延峰的消除

任秋景, 黄会秋, 黄逊

(浙江省平阳县疾病预防控制中心, 浙江平阳 325400)

【关键词】 气相色谱法; 二甲基甲酰胺; 空气; 前延峰

【中图分类号】 O657.7⁺1

【文献标识码】 C

【文章编号】 1004-8685(2011)08-2087-01

在日常色谱分析中, 有时会出现色谱峰形异变或鬼峰, 这不但严重影响定量精度, 甚至使分析工作无法进行。色谱峰形异常主要有拖尾、负峰、尖峰、前延峰等。前延峰在色谱中是比较少见的变形峰, 在各种书籍和资料中介绍的也不多^[1]。

在气相色谱法测定工作场所空气中二甲基甲酰胺时, FFAP 毛细管色谱图中出现了前延峰。根据色谱常识, 我们通过大量的试验和反复的验证, 最终解决了色谱图出现的前延峰情况, 并对其理论进行了初步探讨。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

GC-2010 型气相色谱仪(日本岛津), AOC-20i 型自动进样器, 氢火焰离子化检测器(FID), FFAP 毛细管柱(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm), 二甲基甲酰胺标准品(色谱纯, 中国标准物质研究中心, 用时配制成 30 mg/L ~ 60 mg/L 的标准溶液)。

1.2 色谱条件

进样口温度: 200℃, 柱温: 130℃, 检测器 160℃, 柱流量 1.5 L/min, 尾吹 30 ml/min, 进样量 3.0 μl, 分流比: 1:10。

1.3 色谱峰异常现象

按《GBZ/T160.62-2004 工作场所空气中酰胺类化合物的测定方法》测定空气中二甲基甲酰胺, 色谱图见图 1, 与正常谱图比较后, 第一个峰溶剂峰(水峰)后多了一个杂峰, 第三个峰为目标峰(二甲基甲酰胺)前沿平缓后沿陡峭, 典型的前延峰。

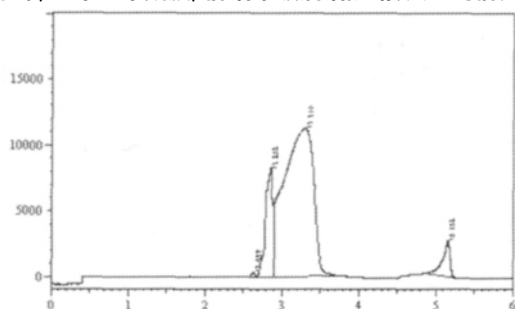


图 1 色谱图中出现前延峰

2 解决过程

2.1 排除污染

2.1.1 更换衬管 取出衬管, 发现衬管壁有黄色污渍, 石英棉略呈黑色, 用浸过无水乙醇的脱脂棉擦去衬管内壁的可见物质, 用丙酮: 甲醇(1:1)溶液超声 10 min 间歇 5 min, 重复 3 次, 最后用纯水清洗衬管, 105℃烘干备用。重新进样测定, 空白基线平稳, 说明仪器、气体正常, 但溶剂峰明显拖尾了, 标准

谱图(柱流量增至 3.0 ml/min)的目标峰前延性没得到改善, 反而更严重了。

2.1.2 割去柱头 为防毛细管柱头污染, 割掉进样口柱子约 10 cm, 重新进样测定, 谱图仍然没有改善。

2.2 更换标液

重新配制二甲基甲酰胺标液(标液浓度低于前者 30% 左右), 在上述色谱条件下, 色谱图中前延峰依然如故。

2.3 更换柱子

将柱子换为 PEG-20M(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm), 按上述色谱条件, 色谱图的前延性还是如前。

2.4 改变色谱条件

2.4.1 升高柱温 仍然使用 FFAP 柱, 按上述色谱条件, 柱温升高至 150℃, 流量降至 1.5 ml/min, 却出来一个与图 1 相似的谱图, 但目标峰的前延更甚。

2.4.2 降低柱温 其他色谱条件不变, 柱温降至 110℃, 柱流量增至 4.0 ml/min, 谱图中目标峰终于消除了前延现象, 恢复正常, 见图 2。

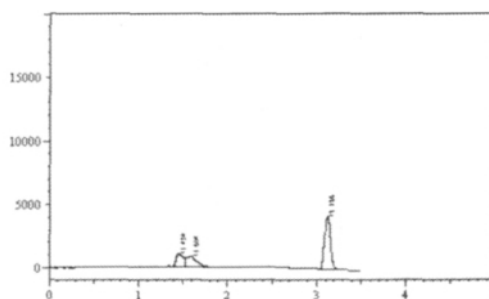


图 2 色谱图中前延峰消失

3 讨论

在相关论坛与专业文献^[2]中, 出现气相前延峰的大致原因有: 进样量过载、柱子极性不适宜、气化温度与柱温过低、二个化合物共洗脱、样品分解等。关于前延峰的处理, 相关报道较少, 参考文献^[3], 结合实际工作条件, 进行了逐一对照验证, 但前延峰并没有得到改善, 说明文献^[3]方法此次出现的前延峰情况不适用。而我们通过降低柱温, 有效地消除了前延峰, 这在文献中从未见报。原因可能是: 虽然柱温 110℃ 低于二甲基甲酰胺的沸点(150℃), 但经汽化室汽化后的微量二甲基甲酰胺被载气带入色谱柱中后, 还是呈气态的, 稍低的柱温有利于其在固定液中的溶解, 易于被吸附, 从而能得到充分的分离, 消除了峰的前延。

参考文献

[1] 常虹. 气相色谱仪常见故障分析及处理 [J]. 科技创新导报, 2010, 22: 104.

(收稿日期: 2011-05-09)

【作者简介】 任秋景(1981-), 女, 硕士, 检验师, 主要从事理化检验工作。