

# 气相色谱法测定电泳槽液中有机溶剂含量

## GC-038

**摘要：**涂料是由颜料、树脂、添加剂和溶剂组成的复杂混合物。涂料的成分不同，性能也大不相同。为了新工艺的研究开发和加强品质管理，分析涂料中的成分就显得非常重要。本文采用液体进样 气相色谱法，建立了一种电泳漆中异丙醇、正丁醇、乙二醇丁醚等有机溶剂的检测方法，该方法操作简单、灵敏度高、适用性强，适合于电泳槽液样品的分析。

**关键词：**气相色谱法 电泳漆 有机溶剂

涂料是由颜料、树脂、添加剂和溶剂组成的复杂混合物。涂料的成分不同，性能也大不相同。电泳是涂装金属工件最有效的方法之一，电泳涂装最开始应用于汽车行业，但随着各行各业对金属表面处理的要求不同，电泳涂装扮演着越来越重要的角色，手饰、散热器、汽车、摩托车、机械等都广泛使用。随着人们的环保意识的不断加强，尽管电泳涂料具有无铅、绝缘不导电，废水排放少等环保性被广泛认知。但为了保证与加强电泳漆的品质管理，对电泳漆中的成分进行分析就尤为重要。

气相色谱法是涂料分析中的常用仪器方法，被广泛应用于溶剂、添加剂的成分分析。根据涂料中被分析有机溶剂的挥发性差异，气相色谱有注入液体和顶空气体两种进样方式。顶空进样时，不挥发成分无法进入GC，分析时间短，对GC的污染程度极小，易于维护保养。但对于沸点大于150℃的目标组分测定灵敏度偏低，甚至不能分析。

本文通过优化气相色谱分析条件，选择合适的进样方式及色谱柱，建立了一种电泳槽液（电泳漆稀水溶液）中异丙醇、正丁醇、乙二醇丁醚等有机溶剂的检测方法，该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GC 2010Plus 气相色谱仪 配 FID 检测器

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx WAX, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：40℃ (3 min) 25℃ min\_240℃  
(5 min)

进样口温度：250℃

载气：氮气

载气控制方式：恒线速度

线速度：26 cm sec

进样方式：分流

分流比：30 1

进样量：0.5 μL

FID 检测器温度：260℃

氢气流量：47 mL min

空气流量：400 mL min

尾吹流量：30 mL min

## 样品前处理

取 1 mL 电泳槽液样品，过用 0.45 μm 有机微孔滤膜，待测。

## 结果讨论

### 3.1 标准谱图

异丙醇，正丁醇和乙二醇丁醚混合标准溶液色谱图如图 1 所示。

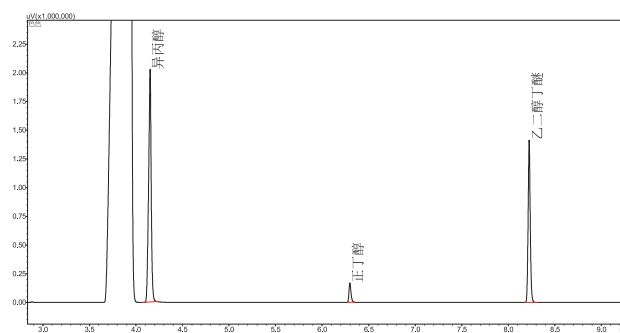


图 1 混合标准溶液色谱图

表 1 标准溶液保留时间

序号	名称	保留时间 (min)
1	异丙醇	4.184
2	正丁醇	6.297
3	乙二醇丁醚	8.216

### 3.2 标准曲线

用色谱纯甲醇配制异丙醇，正丁醇，乙二醇丁醚混合标准系列，浓度见表 2，各组分标准曲线如下所示。

表 2 混合标准溶液中各组分浓度

序号	化合物名称	浓度1 (mg/mL)	浓度2 (mg/mL)	浓度3 (mg/mL)	浓度4 (mg/mL)	浓度5 (mg/mL)	浓度6 (mg/mL)
1	异丙醇	5	10	20	40	60	100
2	正丁醇	0.25	0.5	1	2	3	5
3	乙二醇丁醚	2.5	5	10	20	30	50

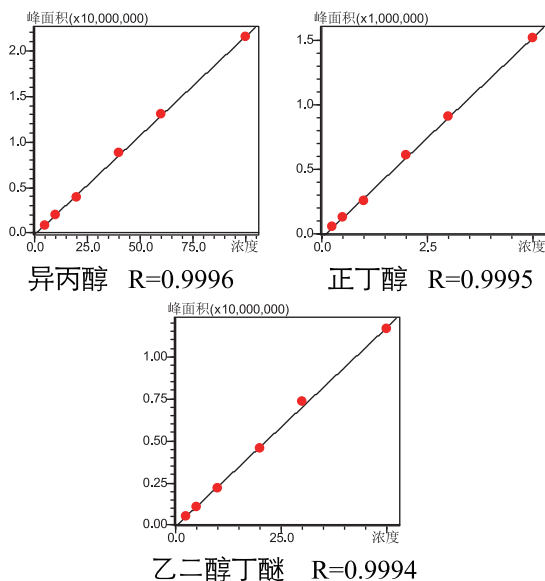


图 2 各组分标准曲线图

### 3.3 检出限

根据标准系列溶液浓度数据, 计算方法检出限 (3 倍噪声计算) 和定量限 (10 倍噪声计算)。各组分检出限及定量限结果见表 3。

表 3 各组分检出限、定量限

No.	名称	检出限 (μg/mL)	定量限 (μg/mL)
1	异丙醇	1.8	6.0
2	正丁醇	0.5	1.8
3	乙二醇丁醚	1.0	3.4

### 3.4 重复性测试

取浓度级别 2 的异丙醇, 正丁醇, 乙二醇丁醚混合标准溶液进行重复性测试, 结果见表 4, 结果表明重复性良好。

表 4 面积重复性测试

序号	名称	峰面积						RSD %
		1	2	3	4	5	6	
1	异丙醇	2019532	2022147	2004016	2003360	1988062	2005327	0.62
2	正丁醇	131279	131380	129933	129924	129099	130082	0.68
3	乙二醇丁醚	1131897	1127341	1124442	1119289	1119261	1125257	0.43

### 3.5 回收率测试

将 1 mL 异丙醇、正丁醇、乙二醇丁醚混合标准溶液添加到 5 mL 消光电泳漆水溶液中, 稀释到 10 mL 后按照样品前处理方法制备, 样品中添加的异丙醇, 正丁醇, 乙二醇丁醚浓度分别为 10 mg mL、0.5 mg mL、5 mg mL。加标样品分别平行制样 4 次。扣除本底后, 回收率结果见表 5。

表 5 加标回收率

序号	名称	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	回收率 4 (%)	RSD% (n=4)
1	异丙醇	89.84	92.14	91.85	88.55	1.88
2	正丁醇	69.74	77.01	66.23	65.62	7.51
3	乙二醇丁醚	93.71	93.68	98.42	93.08	2.62

## 结论

采用岛津公司 GC 2010 Plus 气相色谱仪分析电泳槽液中的异丙醇、正丁醇和乙二醇丁醚三种有机溶剂成分, 方法操作简单, 检测灵敏度高, 重复性好。

 岛津全球应用技术开发支持中心