

GC-BID 测定工业用溶剂中水分含量

GC-062

摘要：本文建立了使用岛津 GC-2010 Plus 结合 BID 检测器测定工业用溶剂（丙酮、甲醇）中水分含量的方法。在 0.001 ~ 1% 浓度范围内线性关系良好，相关系数 r 大于 0.999。0.01% 的水标样重复进样 6 次，其峰面积重复性良好，RSD% 小于 2%。该方法可用于工业用溶剂中水分含量的快速定量测定。

关键词：BID（介质阻挡放电等离子体检测器） 水 工业用溶剂 丙酮 甲醇

水分常存在于各种化工产品中，水分含量的多少直接影响着化工产品的质量，快速测定化工产品中的水分含量有利于其生产过程中的质量控制。

目前检测化工产品中水分测定的方法主要有：GB/T 6284-2006 干燥减量法、GB/T 6283-2008 卡尔费休法、GB/T 2366-2008 气相色谱法，其中干燥减量法只适用于固体化工产品，卡尔费休法虽然通用，但使用大量的有机试剂且易受主观因素的干扰；气相色谱（GC-TCD）法操作简单，但 TCD 检测器灵敏度不高，对于化工产品中微量水分不易分析。

岛津公司最新推出的 BID 检测器，即介质阻挡放电氦等离子体检测器（Barrier Discharge Ionization Detector），利用高纯 He 气在绝缘介质上产生氦等离子体，放出高能光子能量（17.7eV），可以检测除 Ne 和载气 He 以外的所有化合物，是下一代通用型检测器，其灵敏度为 TCD 检测器的 100 倍。

本文利用岛津 BID 检测器，建立了一种测定工业用溶剂中水分含量的方法，该方法操作简单，灵敏度高，检出限低，适用性强，适用于工业用溶剂中水分含量的快速分析，有利于工业用溶剂生产过程中的质量控制。

实验部分

1.1 仪器

Tracera (GC-2010 Plus + BID 检测器)

1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：InertCap WAX, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：60°C (2 min)_8°C /min_ 150°C (5 min)

进样口温度：250°C

载气控制方式：恒线速度 (25 cm/sec)

进样方式：分流

分流比：10

进样量：0.5 μL

载气：氦气

检测器温度：250 °C

放电气流量：100 mL/min

吹扫流量：5 mL/min

1.3 样品前处理

样品无需进行处理，直接吸取 0.5 μL 进样分析即可。

结果讨论

2.1 标准谱图

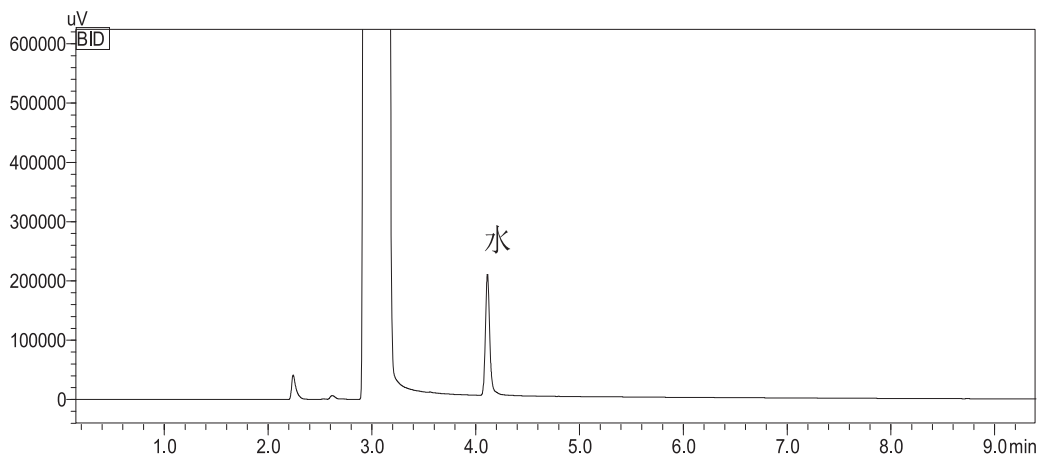


图1 水标液色谱图(0.01%)

表1 水组分信息及保留时间

No.	名称	英文名称	CAS#	保留时间(min)
1	水	water	7732-18-5	4.114

2.2 标准曲线及相关系数

使用甲醇溶液配制标准溶液，浓度分别为 0.001、0.005、0.01、0.05、0.1、0.5、1%，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以 0.001% 标准溶液响应值计算仪器检出限（3 倍信噪比），结果如表 2 所示。

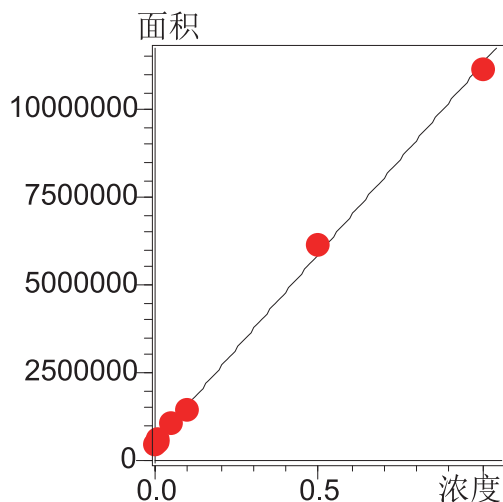


图2 水标准曲线

表2 相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (%)
1	水	0.9994	0.00005

2.3 重复性

用浓度为 0.01% 的标准溶液，重复进样 6 次，面积重复性良好，结果见图 3 及表 3 所示。

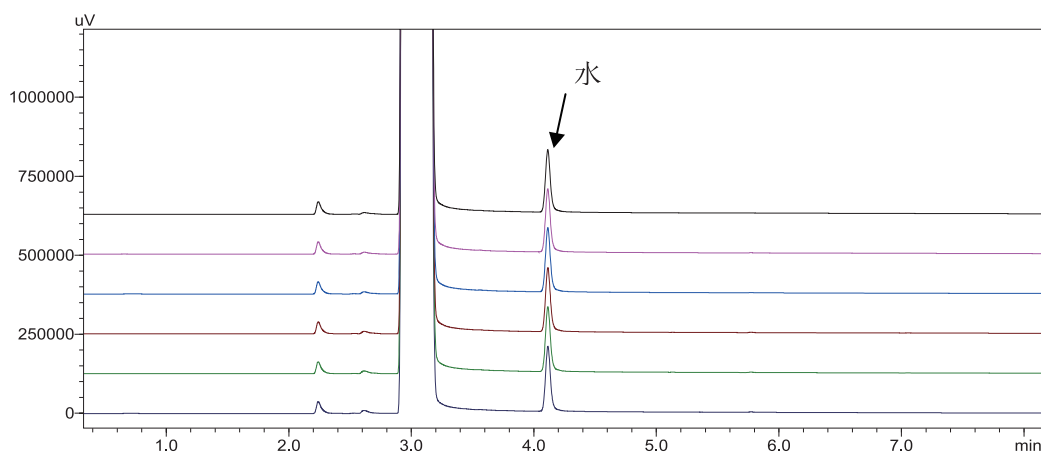


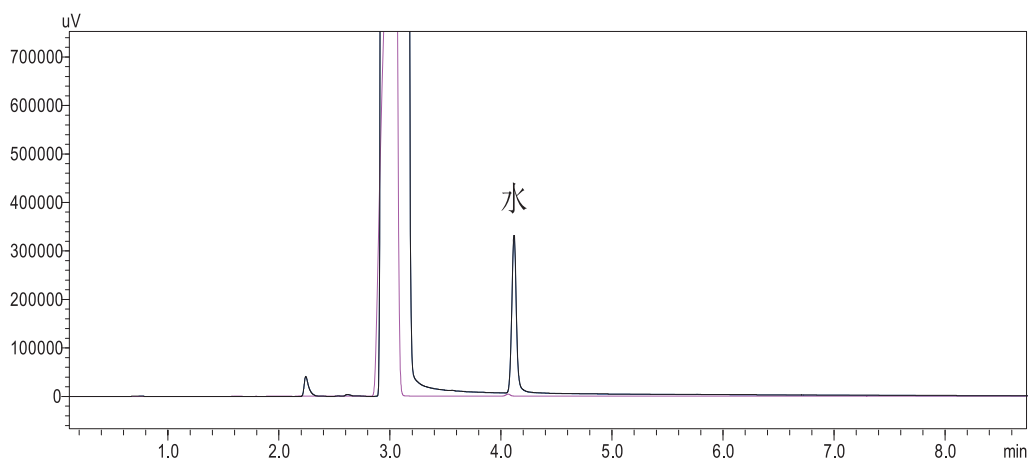
图3 重复性结果(n=6)

表3 峰面积重复性结果(n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	水	585871	592699	597171	600750	606477	607746	598452	1.40

2.4 BID 与 TCD 灵敏度比较

取 0.05% 的水标样分别进 GC-BID 和 GC-TCD 进行分析，比较其对水的灵敏度（TCD 进样量为 1 μ L，而 BID 进样量为 0.5 μ L），其结果见图 4 所示。



黑色为BID测定结果，粉色为TCD测定结果

图4 BID与TCD检测器对水的灵敏度比较

其中 TCD 测定 0.05% 水的峰面积为 12195，BID 测定 0.05% 水的峰面积为 975039，BID 检测器的灵敏度显著高于 TCD 检测器，这将有利于溶剂中微量水分的测定。

2.5 样品测定结果

取工业用丙酮和甲醇样品，吸取 0.5 μ L 直接进样分析，丙酮样品中水含量测定谱图如下图 5 所示，丙酮和甲醇样品中水含量定量结果如下表 5 所示。

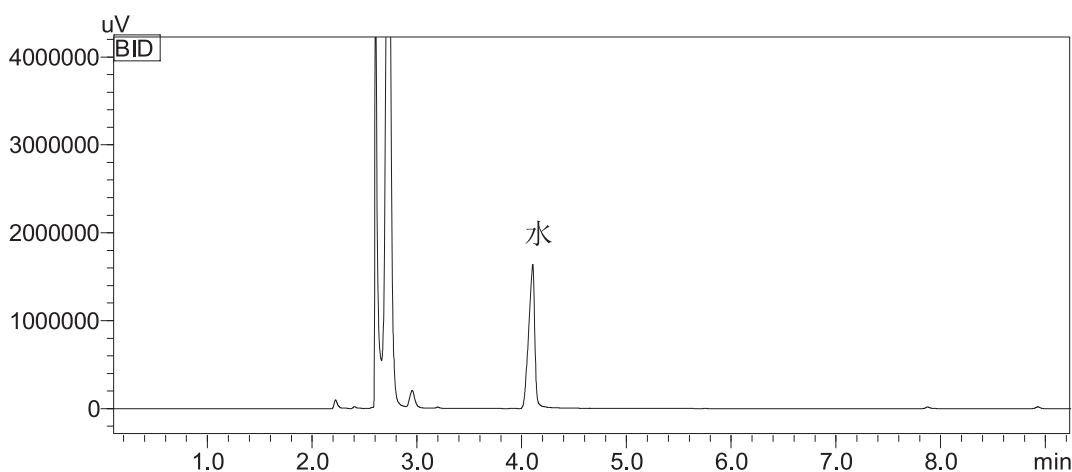


图5 丙酮样品水含量测定谱图

表4 丙酮和甲醇中水含量测定结果

No.	溶剂名称	定量结果(%)
1	丙酮	0.308
2	甲醇	0.020

结论

采用岛津 GC +BID-2010 Plus 检测器测定工业用溶剂中水分含量，方法操作简单，无需进行前处理，方法检测灵敏度高，在 0.001~1% 浓度范围内标准曲线线性良好，重复性好，可用于工业用溶剂中水分含量的快速测定。