

GC-BID 法测定碳酸二甲酯中水分含量

GC-194

摘要： 本文建立了岛津 GC-2010 Plus 结合 BID 检测器测定碳酸二甲酯（DMC）中水分含量的方法。在 0.001%~0.1% 浓度范围内线性关系良好，相关系数大于 0.999。含水量 0.01% 的 DMC 溶液重复进样 6 次，其峰面积重复性良好，RSD% 小于 2%。该方法可用于碳酸二甲酯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 碳酸二甲酯

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，其中干燥减重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。

岛津公司推出的 BID（Barrier Discharge Ionization Detector，英文简称 BID）检测器，即介质阻挡放电等离子体检测器，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（17.7 eV），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。

碳酸二甲酯（Dimethyl carbonate，英文简称 DMC）是一种低毒、环保性能优异、用途广泛的化工原料。DMC 分子结构中含有羰基、甲基和甲氧基等官能团，具有多种反应性能，是一种重要的有机合成中间体。DMC 在生产中具有使用安全、方便、污染少、容易运输等特点，是一种具有发展前景的“绿色”化工产品。

DMC 中水分含量测定属于生产过程中一个重要的技术指标。本文利用岛津 BID 检测器，建立了一种测定 DMC 中水分含量的方法，该方法操作简单，适用性强，适用于化工产品 DMC 中水分含量的快速分析，有利于生产过程中的质量控制。

■ 实验部分

1.1 仪器

GC Tracera 气相色谱仪（GC-2010 Plus + BID 检测器）

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Polar D（60 m×0.25 mm×0.25 μm）

柱温程序：60°C（5 min）_2°C/min_100°C（1 min）_20°C/min_200°C（2 min）

进样口温度：250°C

分流比：10

载气控制方式：恒线速度（25 cm/sec）

进样量：0.5 μL

进样方式：分流

载气：氦气

检测器温度：250 °C

放电气流量：50 mL/min

吹扫流量：5 mL/min

■ 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。

■ 结果与讨论

3.1 标准色谱图

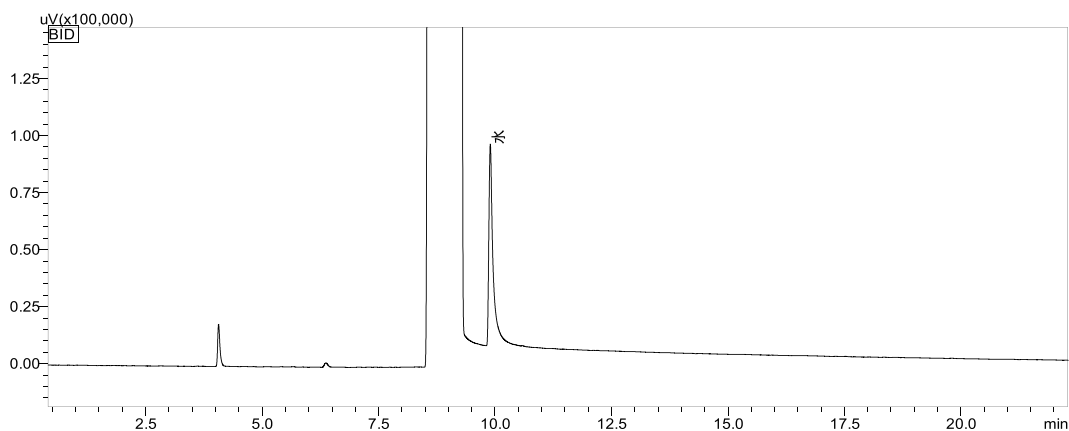


图1 标准色谱图 (含水量 0.1%)

表1 水组分信息及保留时间

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	水	water	7732-18-5	9.939

3.2 标准曲线

使用 DMC 配制标准溶液，含水量分别为 0.001、0.005、0.01、0.05、0.1%，以含水量为横坐标，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。

表2 相关系数及检出限

No.	化合物	相关系数	检出限 (%)
1	水	0.9992	0.0001

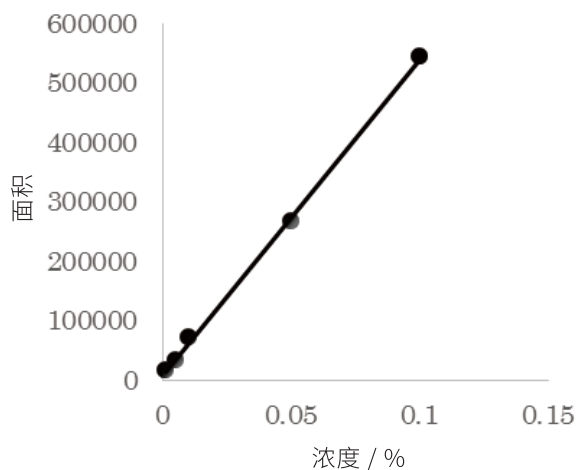


图2 标准曲线

3.3 重复性实验

用含水量 0.01% 的 DMC 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。

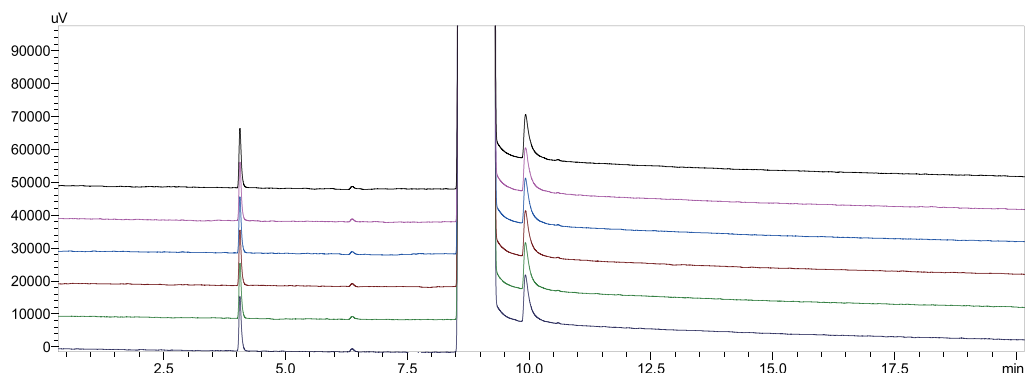


图3 重复性结果 (n=6)

表3 峰面积重复性结果 (n=6)

化合物	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	平均值	RSD%
水	104610	106580	105854	103804	104913	109158	105820	1.80

3.4 样品测试

吸取 0.5 μ L DMC 样品直接进样分析，样品中水含量测定谱图如下图 4 所示，结果如下表 4 所示。

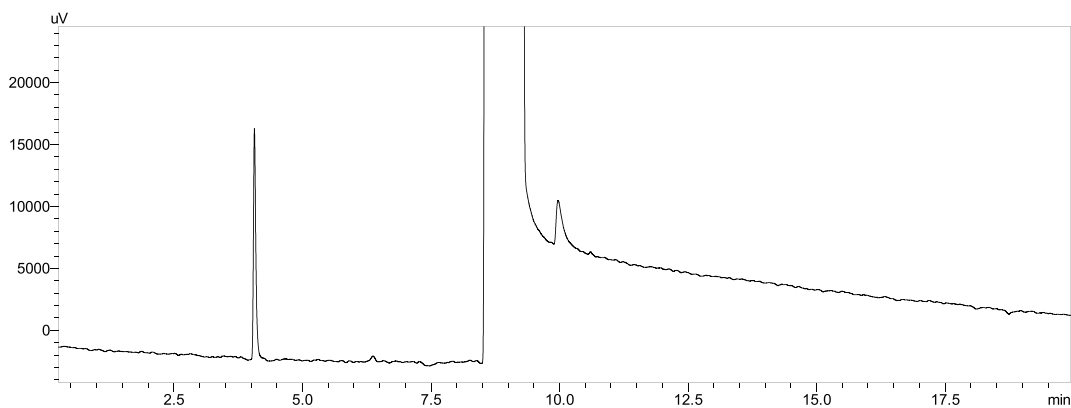


图4 样品测试谱图

表3 样品中水含量测定结果

No.	样品名称	水含量 %
1	DMC	0.002

■ 结论

采用岛津 GC Tracera (GC-2010 Plus 结合 BID 检测器) 测定 DMC 中水分含量，方法操作简单，无需进行前处理，在 0.001~0.1% 浓度范围内标准曲线线性良好，重复性好，可用于 DMC 水分含量的快速测定。

岛津应用云

