

# LC-15C 测定树脂原材料和产品中的双氰胺含量

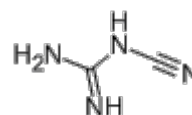
LC-131

**摘要：**本文建立了一种使用岛津 LC-15C 系统测定树脂原材料和产品中双氰胺含量的方法。树脂原材料和样品经过溶解后，过滤，上机检测。使用外标法绘制双氰胺的校准曲线，线性范围宽，校准曲线的相关系数均在 0.999 以上。对 2 mg/L 的双氰胺标准工作液连续测定 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.050% 和 0.118%，显示器精密度良好。

**关键词：**LC-15C 树脂双氰胺

双氰胺（英文名 Dicyandiamide，缩写 DICY 或 DCD），又名二聚氰胺、二氰二氨，呈白色棱形结晶性粉末，溶于水和乙醇，微溶于乙醚和苯。双氰胺作为一种重要的化工原料，广泛应用于医药工业、染料工业、塑料工业和化肥工业等诸多领域。双氰胺在医药工业用于制造胍盐、磺胺嘧啶、病毒灵等药物；在印染纺织方面用于制造固色剂、染料稳定剂；在塑料工业用来制取三聚氰胺、甲醛树脂、粘胶剂、环氧树脂；在化肥工业中用作硝化抑制剂，能抑制亚硝酸菌、硝酸菌、脱氮菌

活动，减少氮肥硝化、脱氮作用，提高氮肥利用率。



双氰胺的结构式

本文使用岛津 LC-15C 液相色谱系统建立了一种快速准确测定树脂原材料和产品中双氰胺含量的方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津 LC-15C 液相色谱系统，包括 LC-15C Pump×2( 输液泵 )，SIL-16( 自动进样器 )，CTO-15C( 柱温箱 )，SPD-15C( 紫外检测器 )，DGU-20A5( 在线脱气机 )，LabSolutions 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

液相条件

流动相：A 相—纯水；B 相—乙腈

流速：1 mL/min

色谱柱：GL Inertsil HILIC 4.6 mm I.D.×150 mm L., 5 μm

进样体积：10 μL

柱温：40℃

洗脱方式：梯度洗脱，初始比例 B 相 95%

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
4.00	Pumps	B.Conc	95
5.00	Pumps	B.Conc	70
7.00	Pumps	B.Conc	70
7.10	Pumps	B.Conc	95
15.00	Controller	Stop	

### 1.3 标准品溶液的配制

称取 0.09922g 双氰胺标准品，用甲醇定容至 100 mL 容量瓶中，得约 1000 mg/L 双氰胺溶液。量取 1 mL 1000 mg/L 双氰胺溶液用 95% 乙腈定容至 50 mL 容量瓶中，得约 20 mg/L 双氰胺溶液。用 95% 乙腈水溶液稀释得到 10、5、2、1、0.5、0.2 mg/L 双氰胺标准工作溶液，用滤膜过滤后进样。

### 1.4 样品前处理方法

**树脂原材料前处理：**称取样品适量，用超纯水溶解，得约 1000 mg/L 样品溶液。量取 1 mL 1000 mg/L 溶液用 95% 乙腈水溶液定容至 100 mL 容量瓶中，得约 10 mg/L 样品溶液，用滤膜过滤后进样。

**树脂产品前处理：**称取样品适量，用 N,N- 二甲基乙酰胺溶解，得约 1000 mg/L 样品溶液。量取 1 mL 1000 mg/L 溶液用 95% 乙腈水溶液定容至 100 mL 容量瓶中，得约 10 mg/L 样品溶液，用滤膜过滤后进样。

## 结果讨论

### 2.1 双氰胺标准样品分析

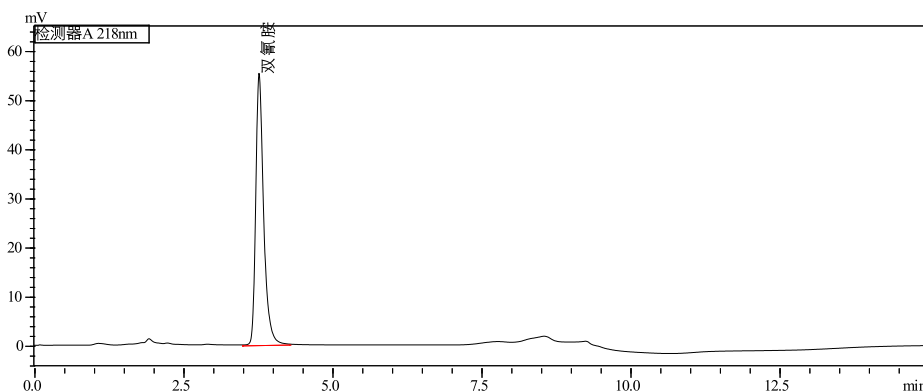


图 1 双氰胺标准品218 nm下的色谱图 (5 mg/L)

### 2.2 线性范围

将 0.2、0.5、1、2、5、10 和 20 mg/L 不同浓度的双氰胺标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 2 所示；所得校准曲线线性关系良好，线性方程为  $Y = (99176.7)X + (1558.28)$ ；相关系数  $R=0.9999$ 。

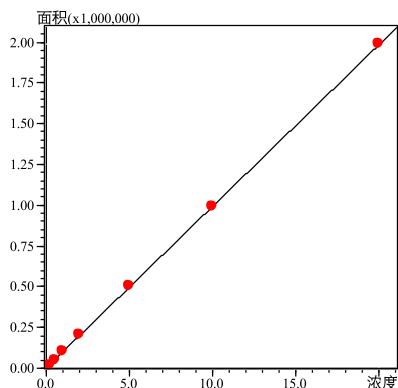


图2 双氰胺校准曲线

### 2.3 精密度实验

对 2 mg/L 的双氰胺标准工作液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，色谱图的重复性结果如图 3 所示，保留时间和峰面积的重复性结果如表 2 所示。

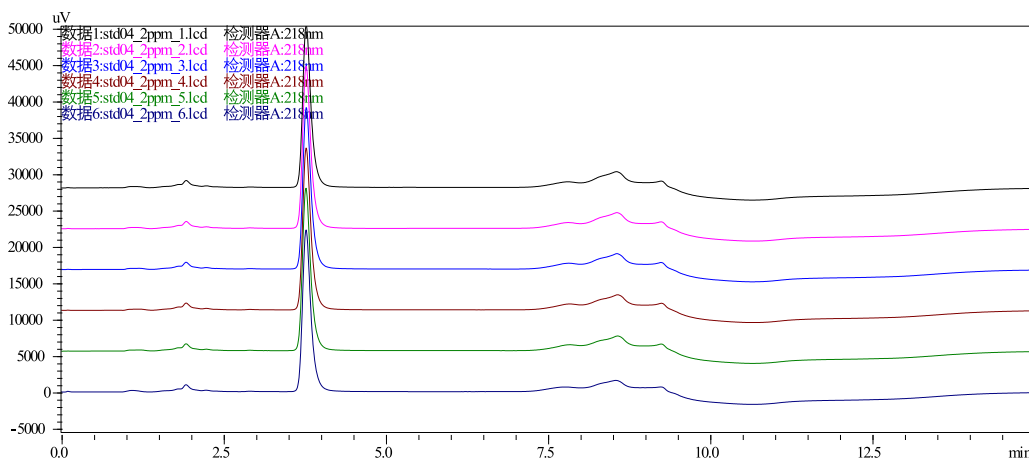


图 3 双氰胺溶液重复性考察色谱图 (2mg/L, n=6)

表 2 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

No.	保留时间 (min)	峰面积
1	3.775	201,918
2	3.777	201,324
3	3.776	201,439
4	3.779	201,248
5	3.777	201,489
6	3.773	201,365
RSD%	0.050	0.118

#### 2.4 样品分析

将树脂原材料和树脂产品按照 1.4 样品前处理方法处理后，上机测试，所得色谱图如图 4~ 图 6 所示，样品分析结果见表 3。

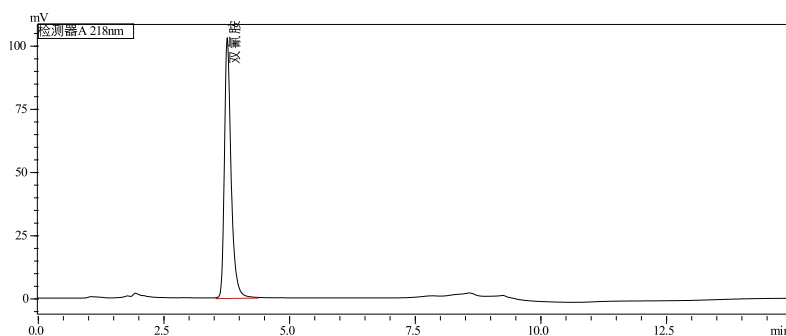


图 4 树脂原材料在 218 nm 下色谱图

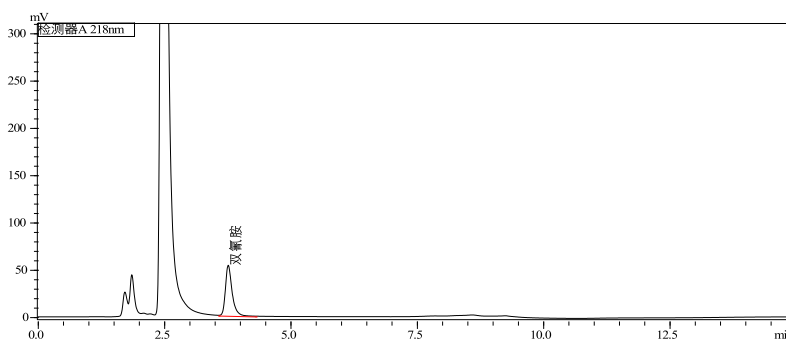


图 5 树脂产品 1 在 218 nm 下色谱图

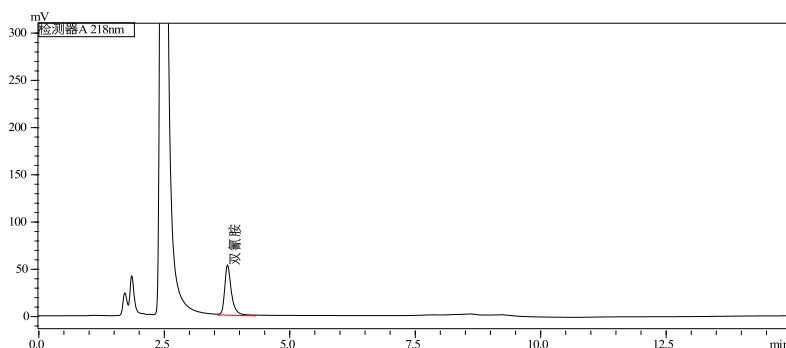


图 6 树脂产品 2 在 218 nm 下色谱图

表 3 树脂原材料和产品中双氰胺定量分析结果

样品名称	样品溶液浓度 (mg/L)	样品含量 (mg/g)	样品含量 (%)
树脂原材料	9.50	957.51	95.75
树脂产品 1	4.82	490.34	49.03
树脂产品 2	4.74	481.71	48.17

## ■ 结论

本文建立了使用岛津 LC-15C 液相色谱测定树脂原材料和产品中双氰胺含量的方法。使用外标法绘制双氰胺的校准曲线，校准曲线的相关系数均在 0.999 以上。对 2 mg/L 的双氰胺标准工作液连续测定 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.050% 和 0.118%，仪器精密度良好。对树脂原材料和产品上机检测，所得结果准确可靠，表明 LC-15C 系统能够满足化工样品中双氰胺的分析要求。