

GC 法测定水泥助磨剂生产用液体原材料成分

GC-153

摘要: 本文建立了气相色谱法测定水泥助磨剂生产用液体原材料成分的分析方法。结果表明: 在 10~200 mg/L 的浓度范围内, 各化合物的线性相关系数 R 在 0.999 以上, 线性关系良好。50 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次, 各化合物峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 均小于 3 %, 精密度高。本方法参照标准 GB/T 38139-2019, 操作方便、灵敏度高, 可为水泥助磨剂生产用液体原材料成分的测定提供参考。

关键词: 气相色谱仪 水泥助磨剂

水泥助磨剂是在粉磨过程中改进、提升效果, 同时不损伤水泥性能, 起到助磨作用的助剂。实践证明水泥粉磨时掺加微量液体助磨剂对其性能如稠度、凝结时间、安定性以及使用性能均有所帮助。目前常用的水泥助磨剂的组分有三乙醇胺、聚合多元醇、聚合醇胺、三异丙醇胺、乙二醇、丙二醇、丙三醇等。在实际生产中要进行不同物质的配比掺合试验, 找出最佳配比, 因此, 有必要对水泥助磨剂原材料中成分进行分析。

2019 年 10 月 18 日发布的 GB/T 38139-2019 《水泥助磨剂生产用液体原材料成分测定方法 气相色谱法》, 该标准规定了水泥助磨剂生产用液体原材料成分定量测定的气相色谱法。

本文参考 GB/T 38139-2019 《水泥助磨剂生产用液体原材料成分测定方法 气相色谱法》, 采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪, 建立分析水泥助磨剂生产用液体原材料成分的检测方法, 该方法操作简单、灵敏度高, 完全满足标准的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

仪器: Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

GC 参数

色谱柱: Rxi- 5Sil MS (30 m×0.25 mm ×0.25 μm)

柱温程序: 120°C (1 min)_20°C /

min_180°C (5min)_20°C /min_300°C

进样口温度: 300°C

载气控制方式: 恒线速度

线速度: 28.9 cm/sec

进样方式: 分流进样 (分流比 50:1)

进样量: 1 μL

检测器: FID

检测器温度: 320°C

氢气流量: 32.0 mL/min

空气流量: 200 mL/min

尾吹流量: 24.0 mL/min

1.3 样品前处理

取 25 mL 容量瓶, 根据原材料有效组分对应外标溶液浓度范围称量试样, 无水乙醇定容, 稀释成一定浓度的试样溶液, 在与外标试剂相同的气相色谱条件下进样检测。根据样品化合物的积分面积需在对应化合物外标曲线积分面积范围内, 尽量靠近中值的原则, 稀释至合适的样品浓度。

■ 结果讨论

2.1 标准品图谱

标准品色谱图如下图 1 所示。

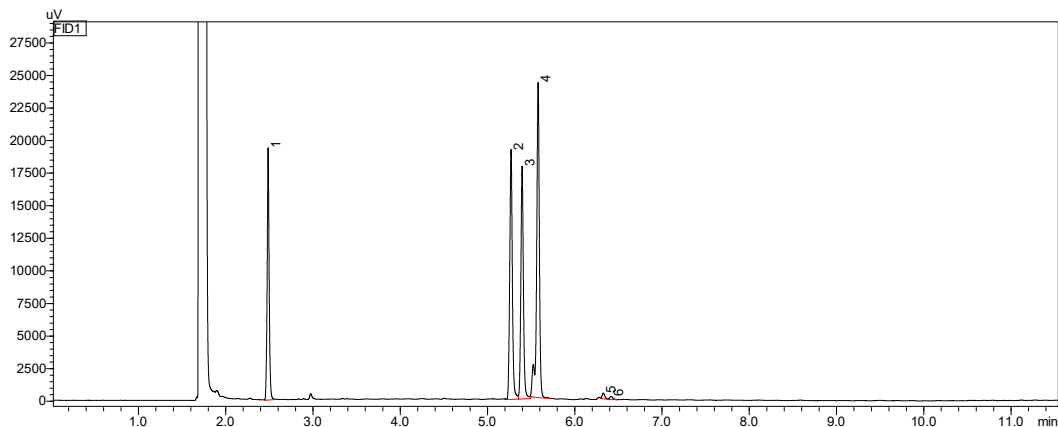


图 1 各物质及其同分异构体的标准品色谱图 (200 mg/L)

表 1 各物质化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	二乙二醇	Diethyleneglycol	111-46-6	2.491
2	三乙醇胺	Triethanolamine	102-71-6	5.275
3	二乙醇单异丙醇胺	1-[Bis(2-hydroxyethyl)amino]-2-propanol	6712-98-7	5.402
4	三异丙醇胺	Triisopropanolamine	122-20-3	5.585
5	三异丙醇胺同分异构体	Triisopropanolamine	122-20-3	6.332
6	三异丙醇胺同分异构体	Triisopropanolamine	122-20-3	6.421

备注：三异丙醇胺存在同分异构体，即 5 号和 6 号峰，按照标准要求测定时应将两个同分异构体与主体成分峰面积加和后计算。

2.2 标准曲线与检出限

使用无水乙醇分别配制 5 个不同浓度的标准品溶液，制作校准曲线，目标组分浓度分别为 10、20、50、100 和 200 mg/L。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，各化合物标准曲线如图 2 所示。根据 10 mg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限。各化合物线性相关系数和检出限见表 2。

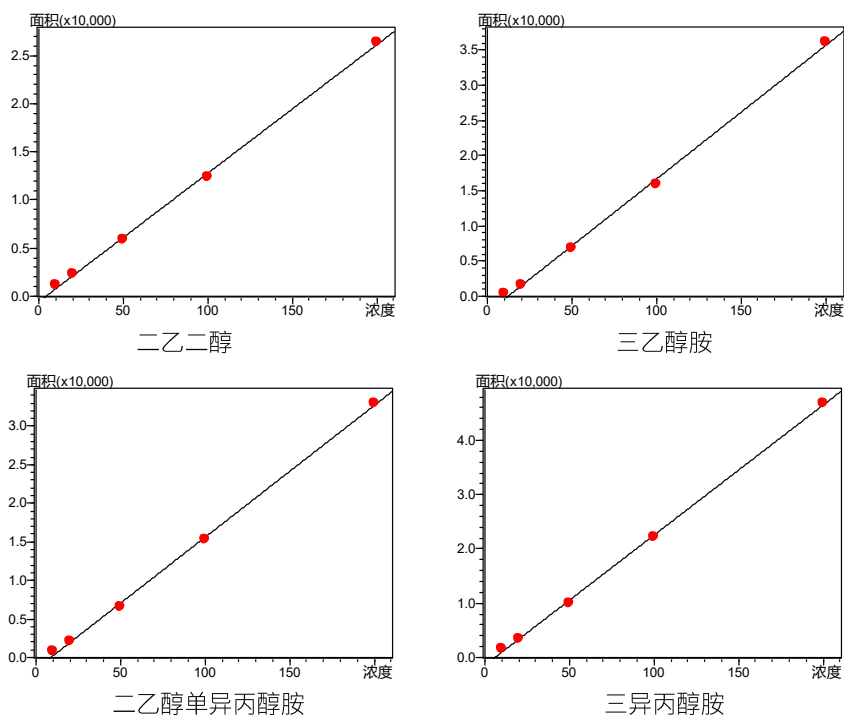


图 2 各组分标准品校准曲线

表 2 各组分标准曲线线性系数和检出限 (mg/L)

No.	化合物名称	回归系数 (R)	检测限
1	二乙二醇	0.9994	0.414
2	三乙醇胺	0.9990	1.803
3	二乙醇单异丙醇胺	0.9995	0.850
4	三异丙醇胺	0.9996	0.394

2.3 重复性结果

取浓度为 50 mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，各化合物峰面积及 RSD% 见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	组份	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均值	RSD (%)
1	二乙二醇	5861	5818	5913	5905	5985	5908	5898	0.95
2	三乙醇胺	7235	7463	7506	7604	7519	7561	7481	1.67
3	二乙醇单异丙醇胺	6552	6799	6796	6804	6538	6928	6736	2.31
4	三异丙醇胺	9134	9194	9282	9423	9154	9195	9230	1.16

2.4 样品测试

取一水泥助磨剂样品，充分混匀后称取适量样品，按照 1.3 步骤对样品进行处理后，进气相色谱仪分析，测试谱图及结果如下图 3 和表 4 所示。

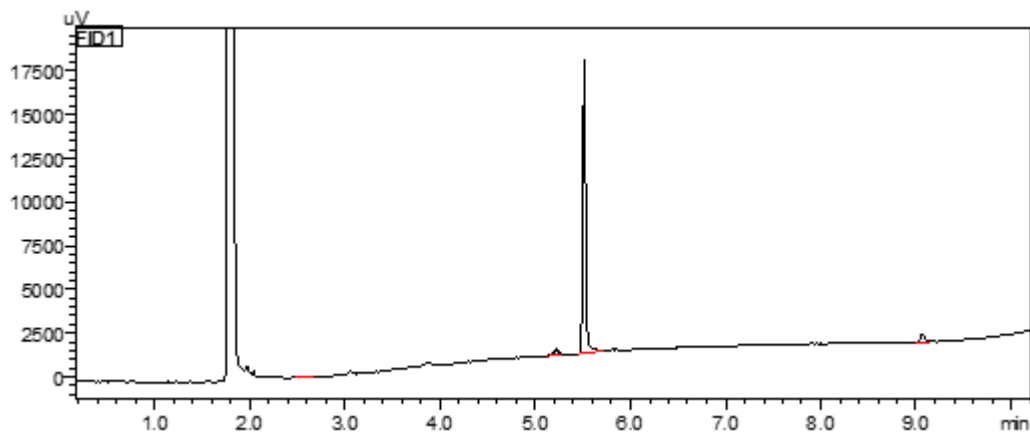


图 3 实际水泥助磨剂样品测试谱图

表 4 样品测试结果

No.	化合物名称	保留时间 (min)	测试结果 (质量分数 %)
1	乙二醇	2.491	0.1
2	三乙醇胺	-	N.D
3	二乙醇单异丙醇胺	5.402	1.6
4	三异丙醇胺	-	N.D

注：N.D 表示未检出

结论

本方法采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪检测水泥助磨剂生产用液体原材料成分，在 10~200 mg/L 浓度范围内，标准曲线线性良好，相关系数 R 在 0.999 以上，方法检出限为 0.394~1.803 mg/L。50 mg/L 标准品溶液进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 3%，方法重复性良好。本方法准确、灵敏度高，能够有效的检测水泥助磨剂生产用液体原材料成分的含量。

岛津应用云

