

离子色谱-硅烷偶联剂中游离氯及总氯的测定

龚婷婷

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽 合肥 230088)

摘要: 该样品为硅烷偶联剂, 测试样品中游离氯和总氯。六甲基二硅氮烷不溶于水, 用纯水可提取其中游离氯, 乙烯基三甲氧基硅烷与水互溶, 且其水解反应持续时间较长, 水解产物无法去除, 净化后呈现乳状, 无法用于正常分析, 此样品游离氯未测试, 两份样品的总氯均采用氧弹燃烧—离子色谱法测试。采用含有内标的乙醇溶液稀释样品, 使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定, 内标法定量, 采用气相色谱-质谱确证阳性结果。

关键词: 离子色谱法;检测方法;硅烷偶联剂

1 检测方法

采用含有内标的乙醇溶液稀释样品, 使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定, 内标法定量, 采用气相色谱-质谱确证阳性结果。

2 试剂

2.1 无水碳酸钠: 基准试剂;

2.2 H 型预处理柱;

2.3 RP 型预处理柱;

2.4 针式过滤器 (0.45 μm);

3 仪器设备

3.1. 离子色谱仪: IC6000, 配有电导检测器;

3.2 自动进样器: AS3100;

3.3 超声波清洗器;

3.4 万分之一电子天平;

4 测定过程及结果分析

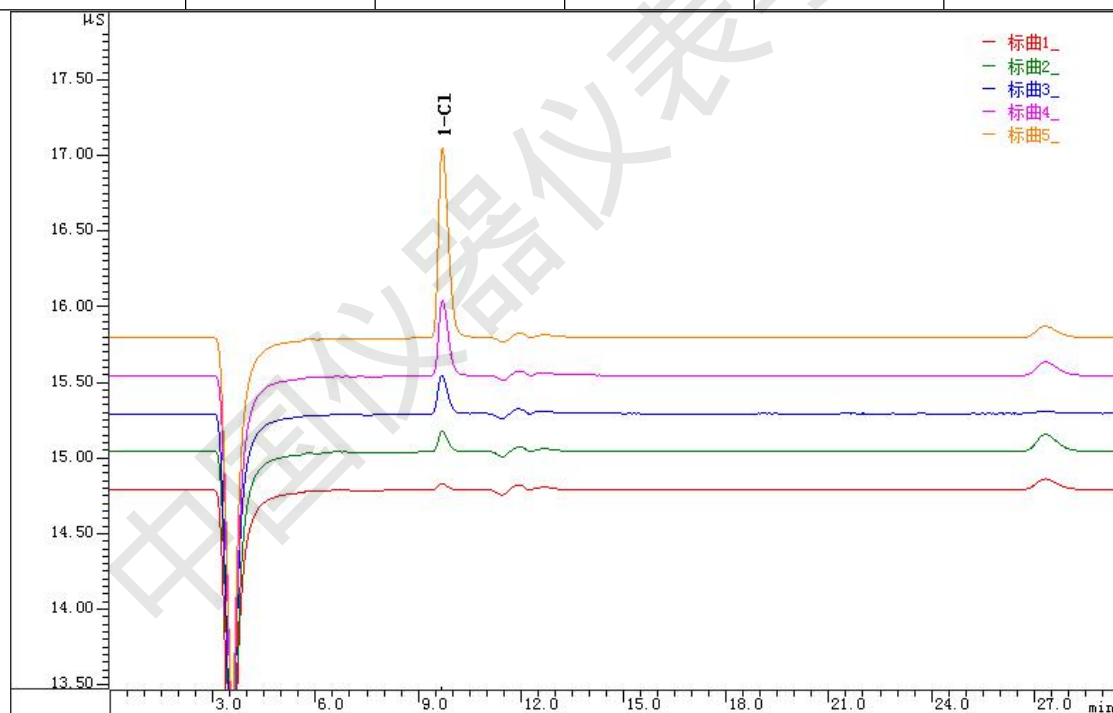
4.1 色谱条件

色谱柱	Shodex SI-52 4E 4×250mm		
淋洗液	3.6mM 碳酸钠		
流速	0.8mL/min		
柱温	45°C	池温	50°C
电流	30mA	进样量	100μl (满环进样)

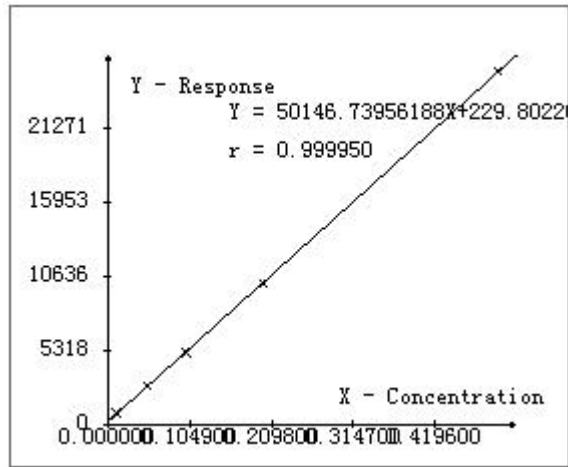
4.2 测试谱图及结果

4.2.1 标曲测试

标曲系列浓度表 (μg/L)					
离子名称	1	2	3	4	5
Cl ⁻	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50

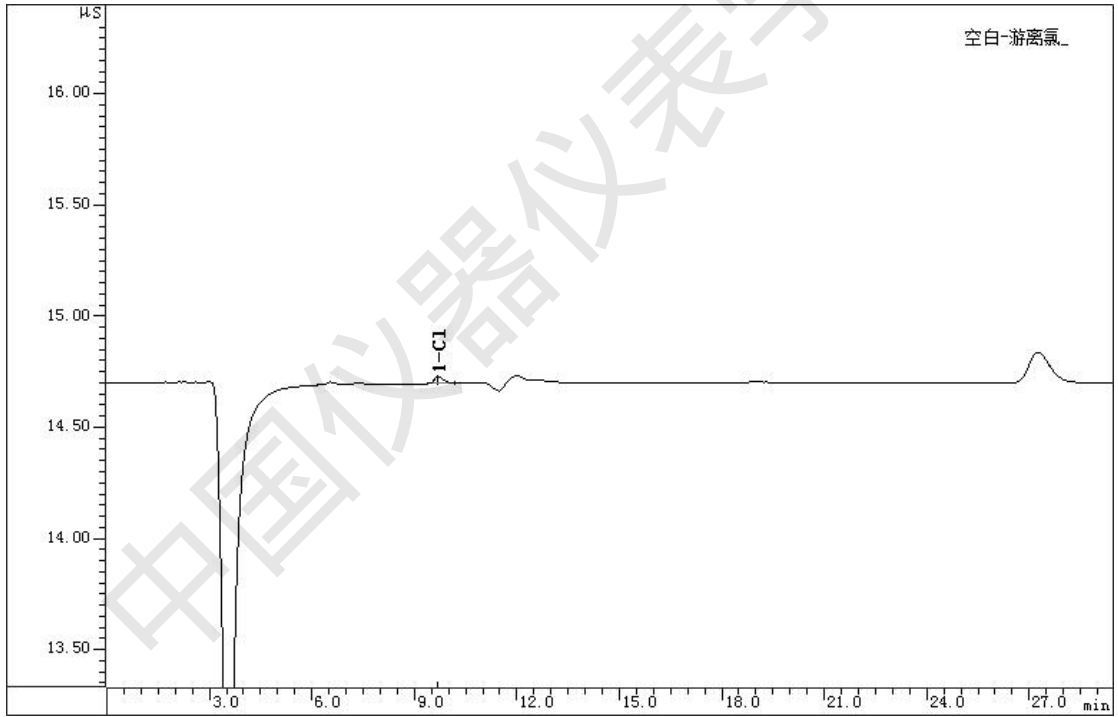


标准曲线各点重叠谱图

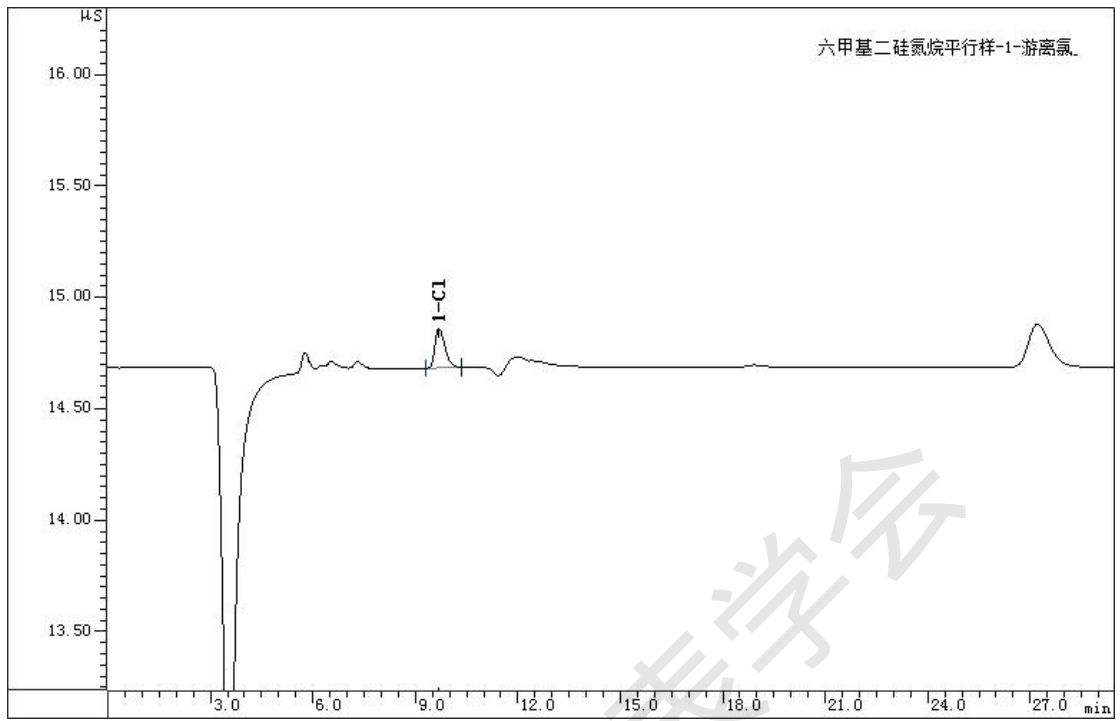


线性

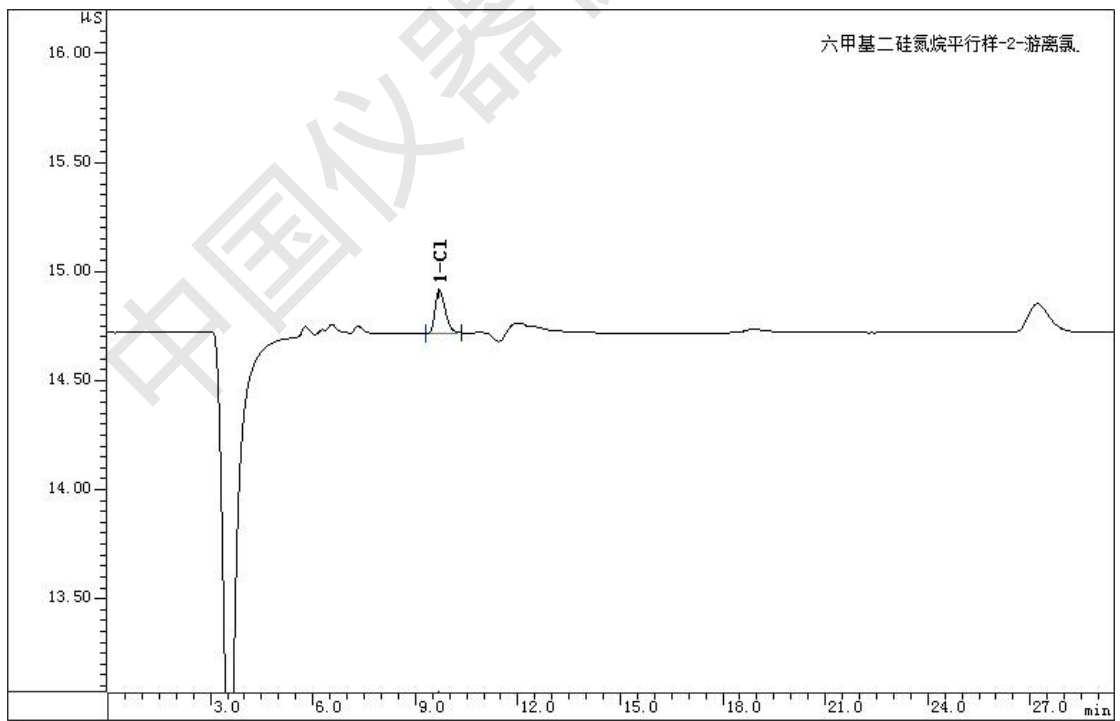
4.2.2 游离氯测试



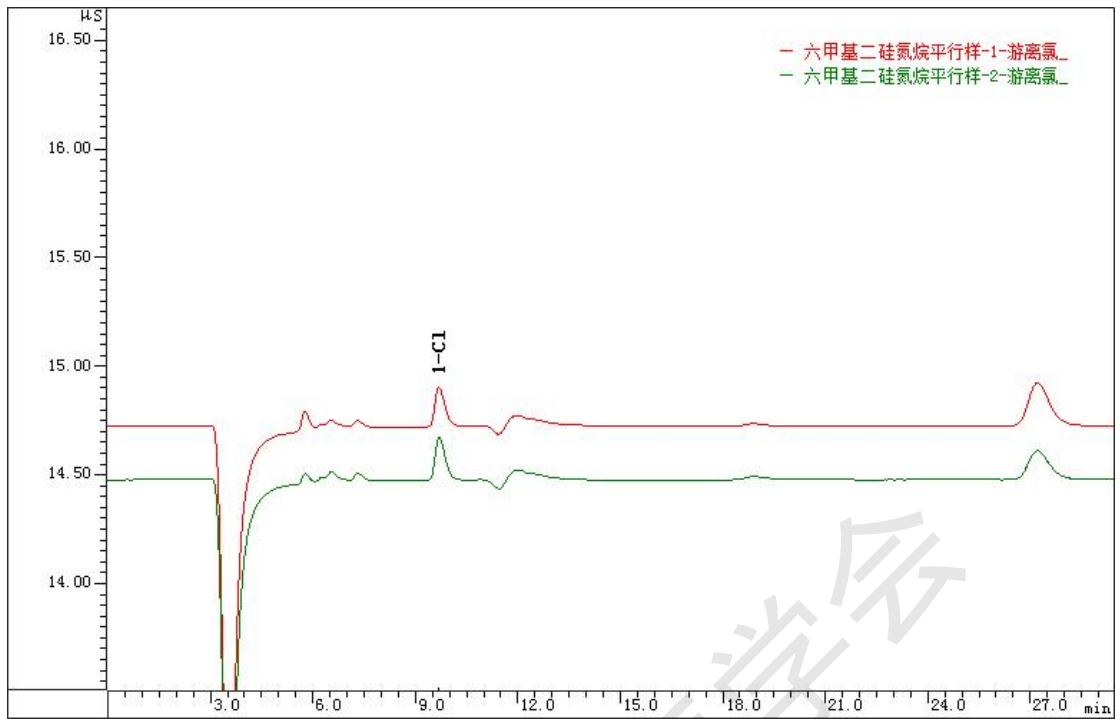
游离氯空白谱图



六甲基二硅氮烷游离氯平行样-1 谱图



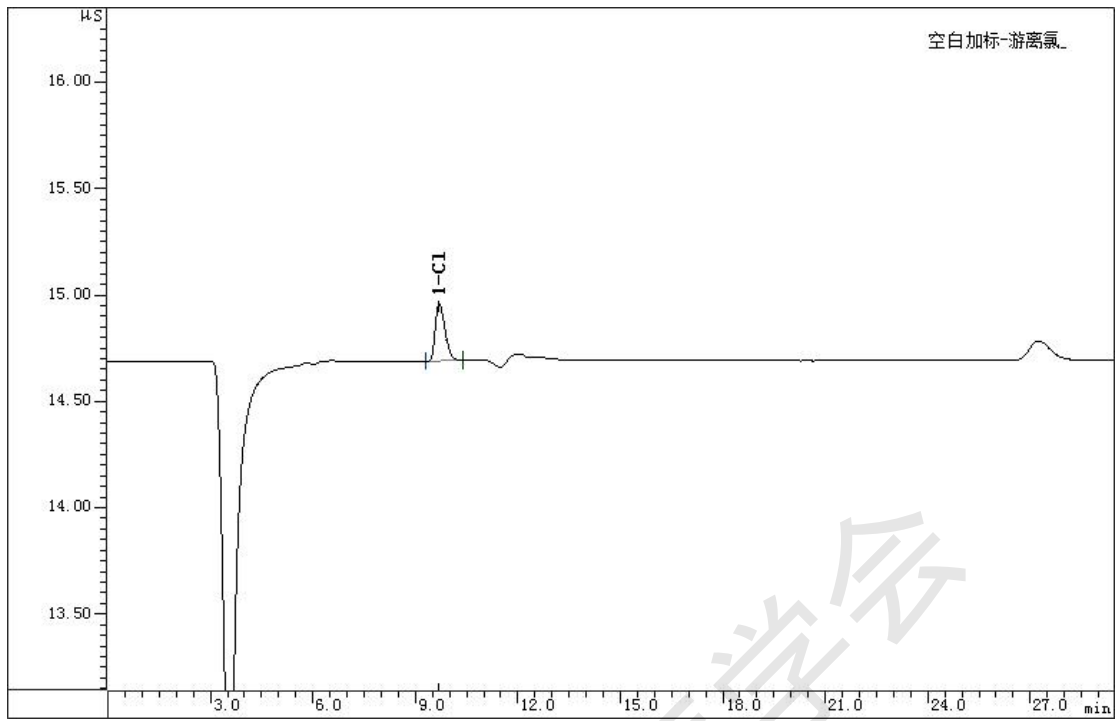
六甲基二硅氮烷游离氯平行样-2 谱图



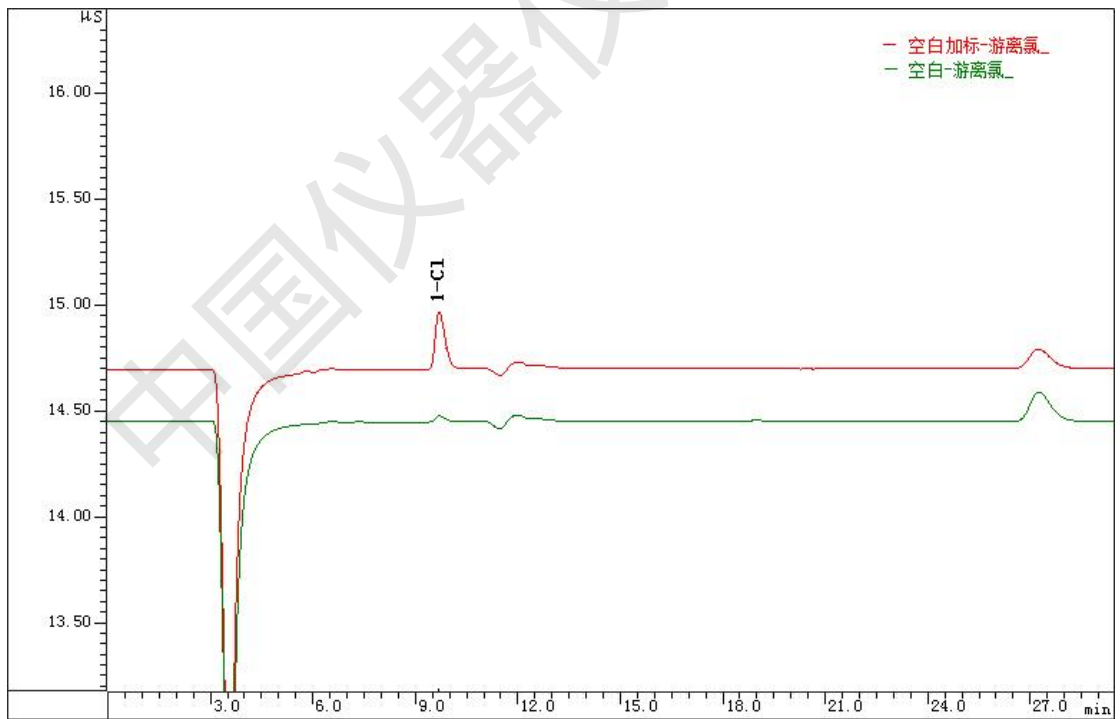
六甲基二硅氮烷游离氯平行样重叠谱图

结果计算

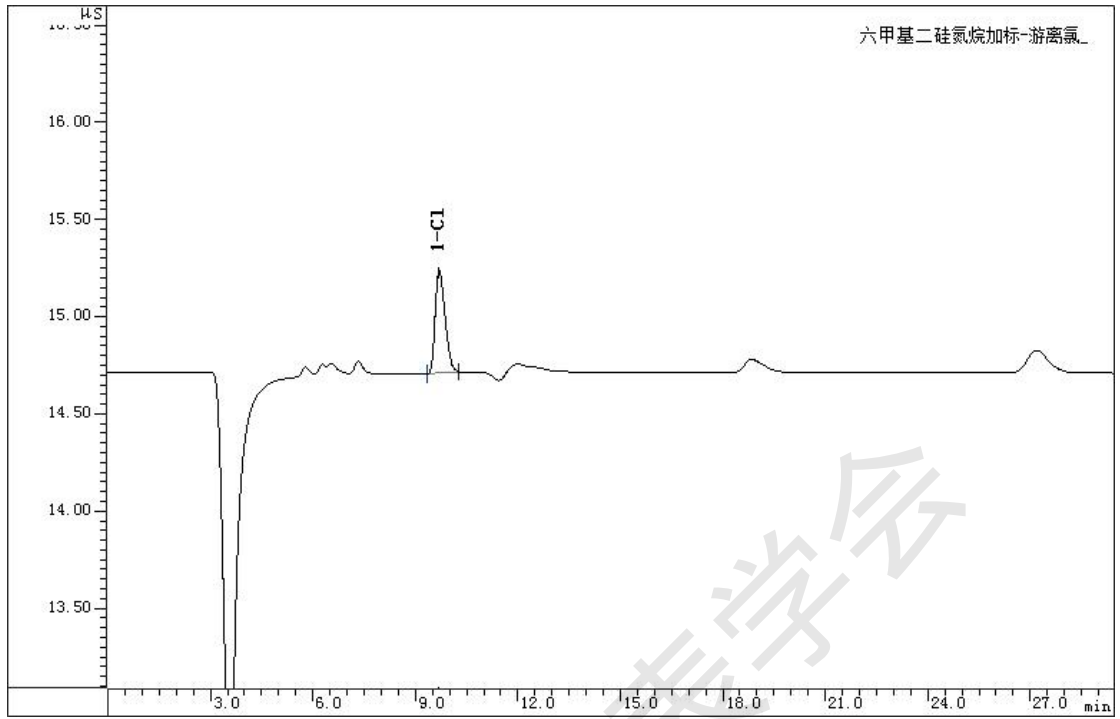
编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	含量 (mg/kg)	含量均值 (mg/kg)
六甲基 二硅氮烷 平行样-1	1.0093	10	0.06956	0.689	0.691
六甲基 二硅氮烷 平行样-2	1.1103		0.7697	0.693	
备注：此计算结果已扣除空白					



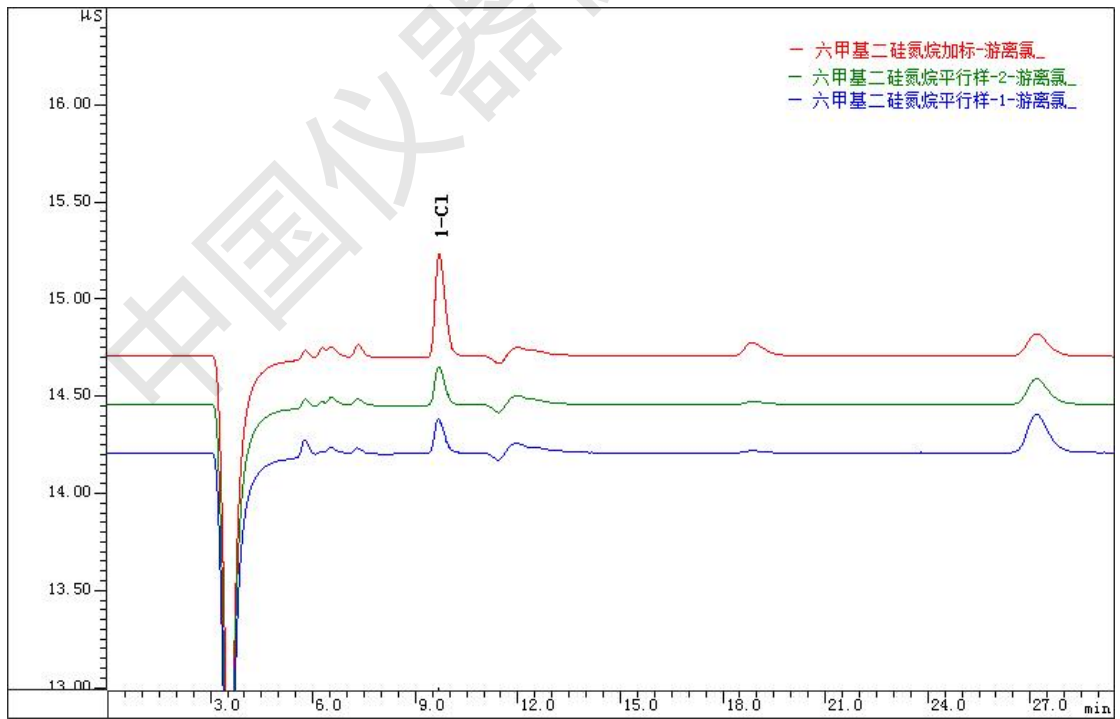
游离氯空白加标谱图



游离氯空白加标与空白重叠谱图



六甲基二硅氮烷游离氨加标谱图



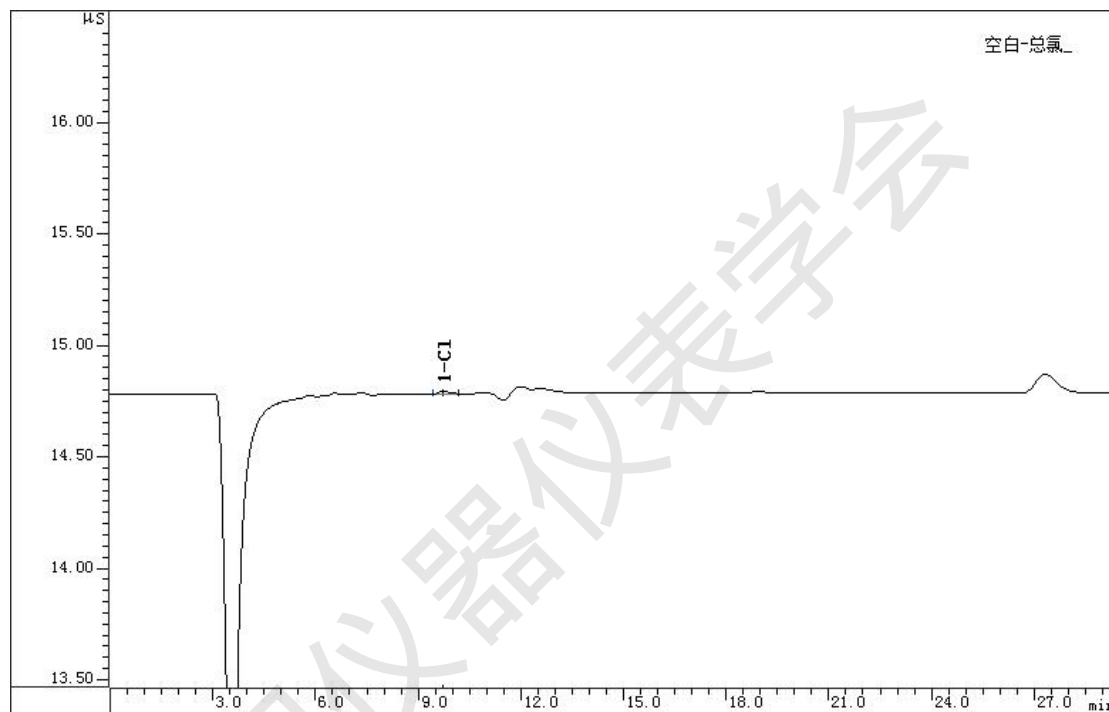
六甲基二硅氮烷游离氨加标重叠谱图

加标回收率计算

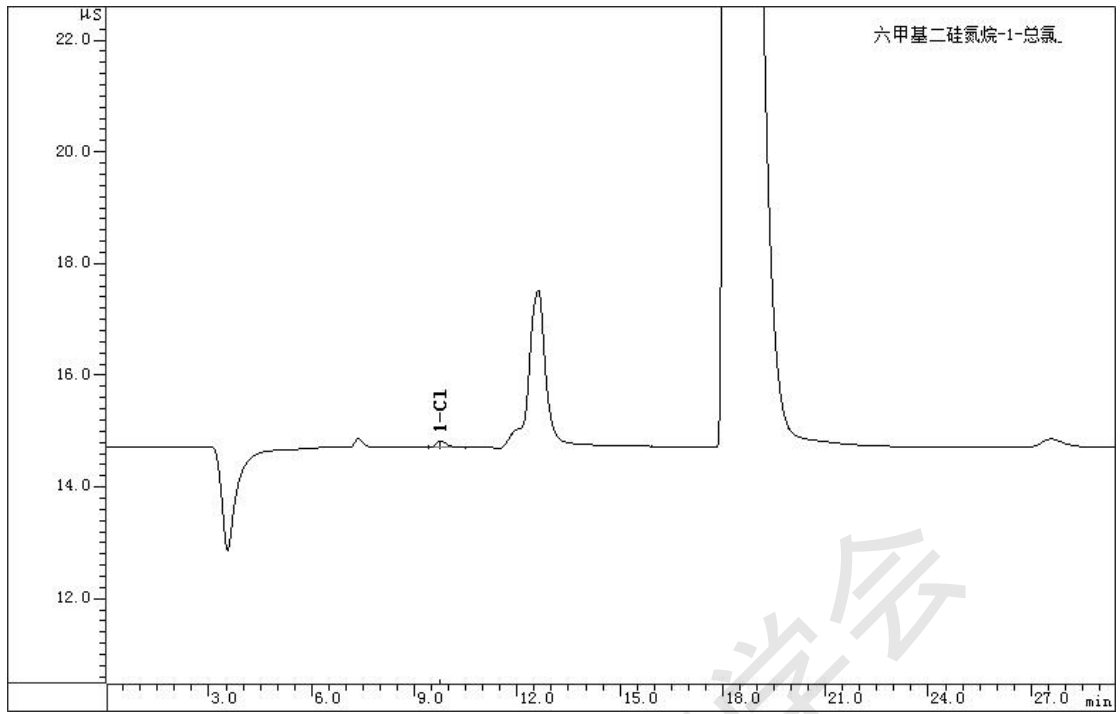
编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	加标量 (μg)	加标前含量 (mg/kg)	加标后含量 (mg/kg)	回收率 (%)
六甲基二硅 氮烷加标	1.1197	10	1.000	0.691	1.701	101
空白加标	/		1.000	0.0738	1.054	98.0

备注：此计算结果已扣除空白

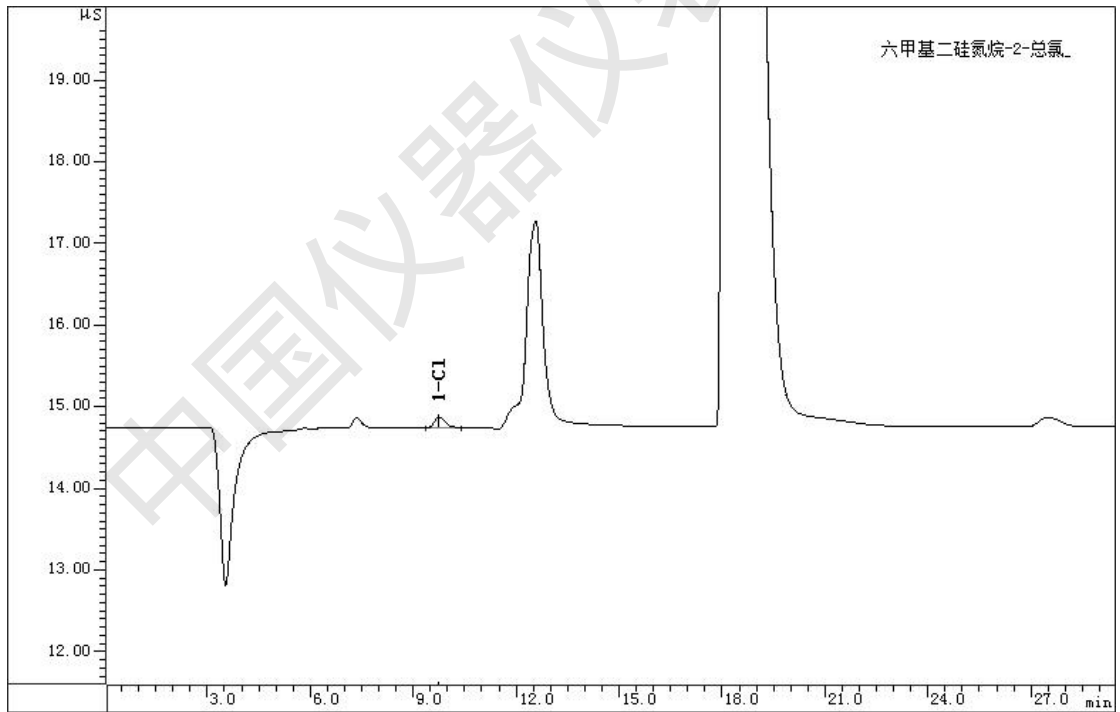
4.2.3 总氯测试



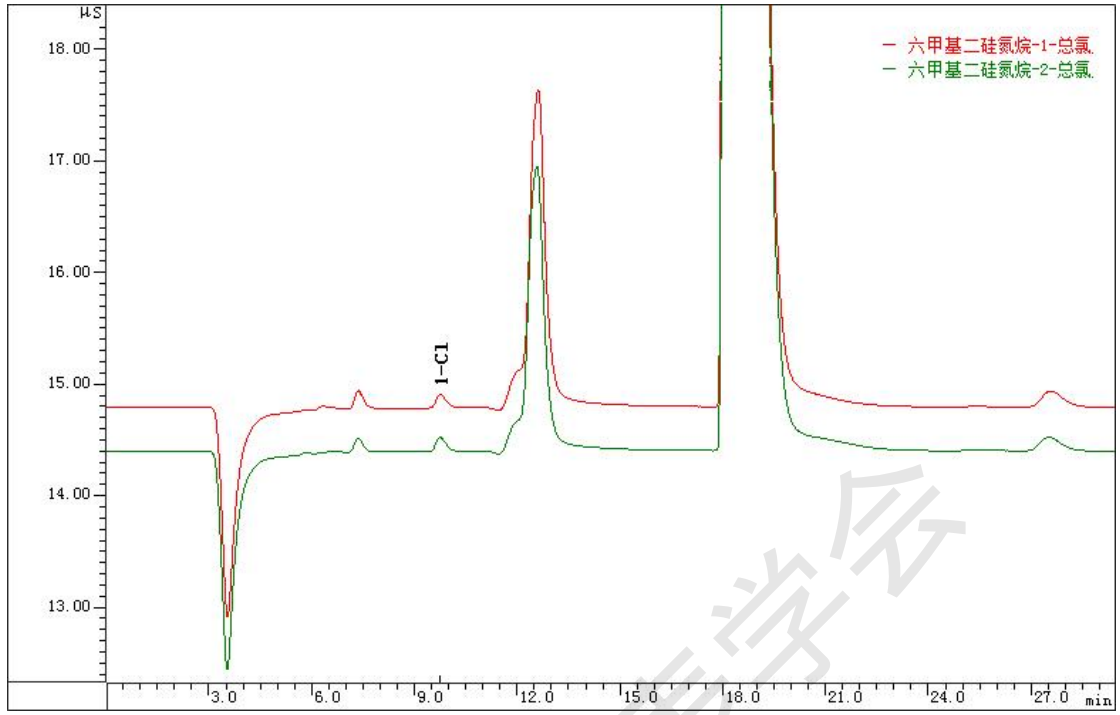
总氯空白谱图



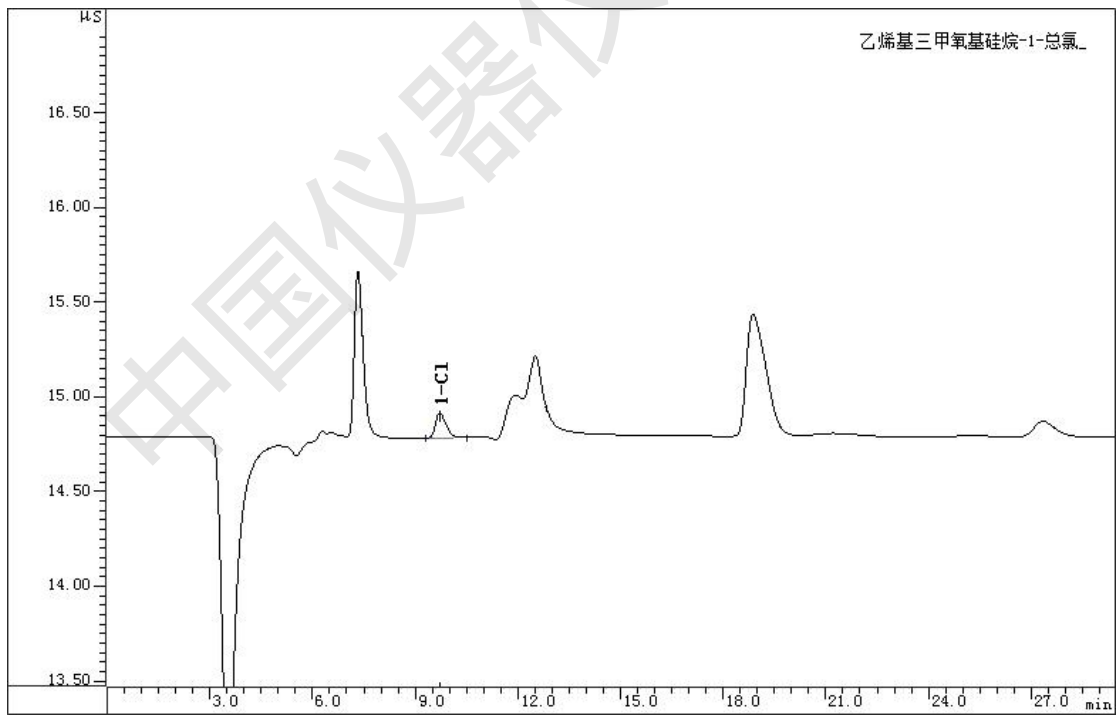
六甲基二硅氮烷总氯平行样-1 谱图



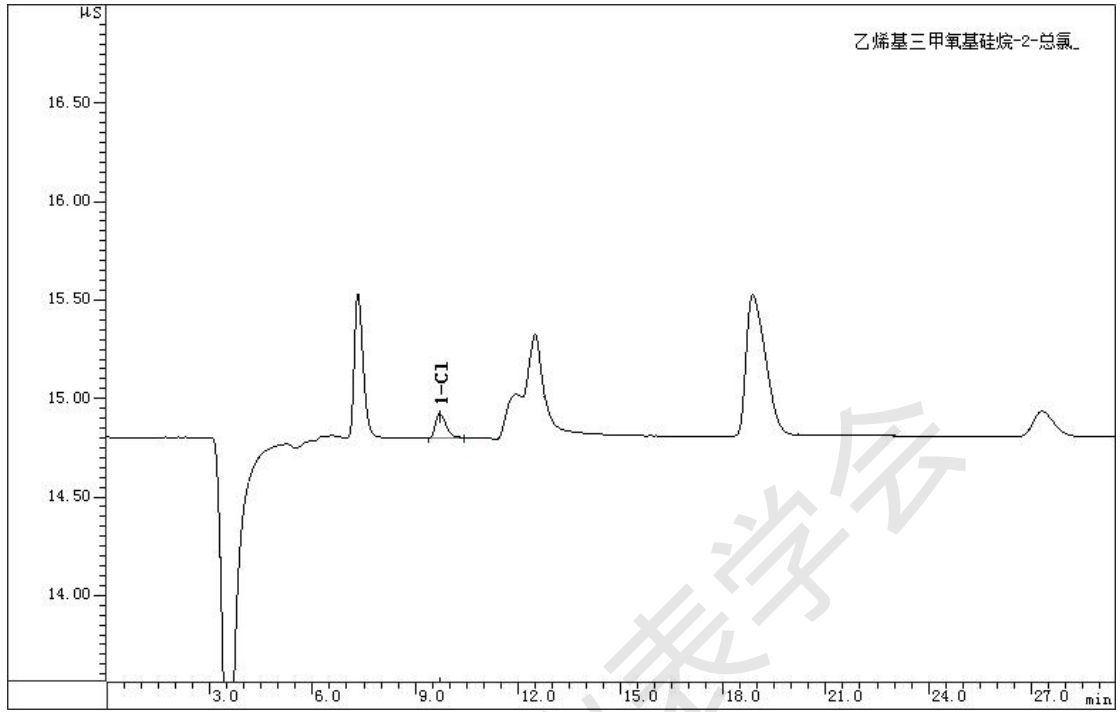
六甲基二硅氮烷总氯平行样-2 谱图



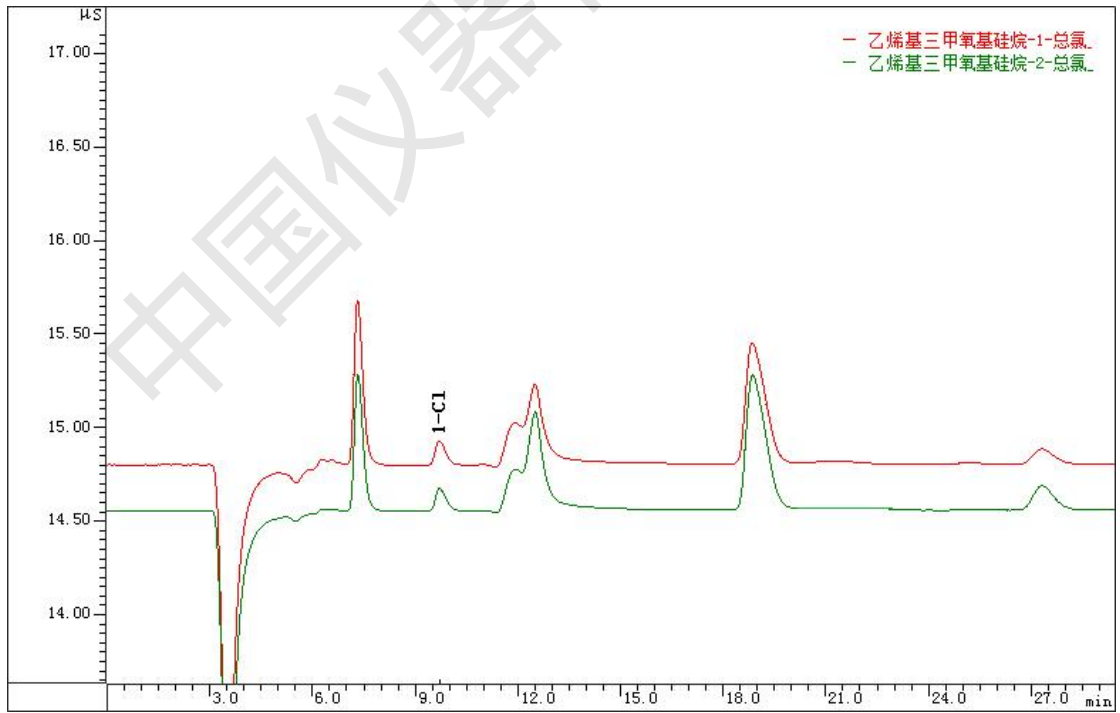
六甲基二硅氮烷总氮平行样重叠谱图



乙烯基三甲氧基硅烷总氮平行样-1 谱图



乙烯基三甲氧基硅烷总氯平行样-2 谱图



乙烯基三甲氧基硅烷总氯平行样重叠谱图

结果计算

编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	含量 (mg/kg)	含量均值 (mg/kg)
六甲基二硅 氮烷 平行样-1	0.1083	50	0.04700	21.7	21.4
六甲基二硅 氮烷 平行样-2	0.1185		0.04985	21.0	
乙烯基三甲 氧基硅烷 平 行样-1	0.1072		0.05543	25.9	26.1
乙烯基三甲 氧基硅烷 平 行样-2	0.1014		0.05342	26.3	
备注：此计算结果已扣除空白					