

用反应热裂解-GC/MS法定量分析水溶液中的 微量有机磷界面活性剂

[背景] 作为水中的防垢剂和水处理的界面活性剂等经常使用有机磷化合物的定量分析, 使用离子色谱和毛细管电泳, ICP等的方法, 因为必须经过ppm等级的低浓度的萃取和浓缩等烦杂的预处理, 因此有必要开发简便高敏度的分析方法。通过氢氧化四甲铵(TMAH)的反应热裂解-GC/MS法是, 酯类各种聚合物和极性化合物用GC/MS测定时的一种简便方法引起注目。在本报告中, 通过反应热裂解-GC/MS法, 尝试对作为水溶液中微量有机磷化合物的羟基乙叉二磷酸(HEDP, Fig.1)进行定量分析。

[方法] 测定是使用多功能热裂解器(EGA/PY-3030)结GC/MS分流/无分流进样口的系统。测定样品是调制作为防垢剂一种的HEDP水溶液(10 ppm), 采取10 μ L至样品杯(内径 4 mm, 高度 8 mm), 对应于过量的化学当量添加1 μ L的TMAH甲醇溶液(25 wt%), 导入到350 $^{\circ}$ C的加热炉中进行反应热裂解, 所得产物通过GC/MS进行分析。

[结果] 所得色谱图上作为主成分检测到磷酸三甲酯(TMP, Fig.2), 以及微量的2,2-二甲氧基丙烷(DMP)。这些峰在无添加TMAH时没有观测到, 因此可认为是HEDP与TMAH的反应中水解以及被甲基化的化合物。生成的TMP的气相色谱图(m/z 110)上峰面积的再现性为, 得到RSD值为7.4 % ($n=3$)的相比较下良好的结果, 因此以TMP峰为指标可以对HEDP进行定量分析。另外, 确认了本方法的最小检测浓度界限为0.3 ppm ($S/N=3$)的高灵敏度。由此可知, 本方法是无需复杂的前处理的, 高灵敏度分析有机磷化合物的方法。

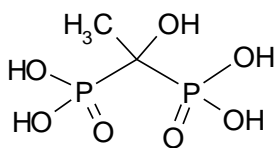


Fig.1 乙烷-1-羟基-1,1-二磷酸(HEDP)

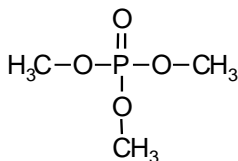


Fig.2 磷酸三甲酯 (TMP)

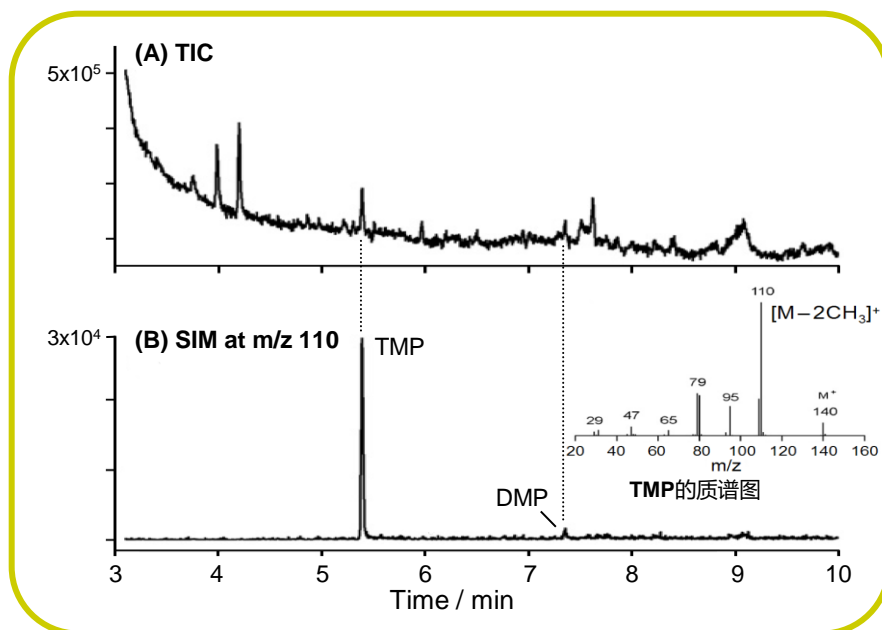


Fig.3 HEDP 水溶液(10 ppm)的反应热裂解GC/MS 色谱图

热裂解炉温度: 350 $^{\circ}$ C, GC柱箱温度: 60-200 $^{\circ}$ C (20 $^{\circ}$ C/min, 3 min hold)
分离色谱柱: Ultra ALLOY+⁻ 5, (5 %联苯95 %二甲甲基聚硅氧烷, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=1 μ m)

摘自: T. Yuzawa, et al., J. Chromatogr. A, 1216 (2009) 5292-5295

Keywords : 有机磷化合物, 防垢剂, 反应热裂解, GC/MS, TMAH

使用产品 : 多功能热裂解器, GC/MS免放空接口, UA-5

应用领域 : 环境管理, 水处理, 纸制产业相关

关联的技术笔记 :

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn