

分析与测试

气相色谱法测定早强剂中的三乙醇胺

张丹青, 郑建明, 肖时俊, 黄龙娣

(江苏天瑞仪器股份有限公司, 江苏 苏州 215300)

摘要:建立了气相色谱法测定早强剂中三乙醇胺的方法。本方法的相对标准偏差(RSD) $\leq 2.32\%$, 回收率在 93.5% - 103.7%, 三乙醇胺的方法检出限为 0.5mg/kg, 是首次采用气相色谱仪对水泥早强剂中的三乙醇胺进行分析的一种方法。

关键词:气相色谱; 三乙醇胺; 水泥早强剂

中图分类号: O657.7*1

文献标识码: A

文章编号: 1008-021X(2011)04-0044-03

Determination of Triethanolamine in Early Strength Agent by Gas Chromatography

ZHANG Dan-qing, ZHENG Jian-ming, XIAO Shi-jun, HUANG Long-di

(Jiangsu Skyray Instrument Co., Ltd., Suzhou 215300, China)

Abstract: Established the method of determination for triethanolamine in early strength agent by gas chromatography. The relative standard deviation (RSD) for this method was $\leq 2.32\%$, recovery between 93.5% - 103.7%, triethanolamine detection limit was 0.5mg/kg. This method is applicable to the cement thickening in the analysis of triethanolamine using gas chromatography for the first time.

Key words: gas chromatography; triethanolamine; cement early strength agent

三乙醇胺具有叔胺性质,能与无机酸或有机酸反应生成盐,还能和高级脂肪酸形成脂。它在水泥行业中应用广泛,在水泥助磨剂中添加三乙醇胺可提高水泥的分散性^[1],而在水泥早强剂^[2]中加入三乙醇胺可促进铝酸盐的早期水化,改变其含量可改变硅酸盐的水化,提高混凝土强度,控制凝结时间^[3-4]。三乙醇胺在水泥中的含量会影响水泥的凝结特性^[5],过量则会造成混凝土结构表面形成蜂窝麻面^[6]。虽然三乙醇胺在胺类中毒性较低,但发达国家的《污染物排放及转移登记制度》,三乙醇胺已被列为有害物质而限制使用。目前国内未见有测试水泥中三乙醇胺的方法报道,而对三乙醇胺的分析,文献[7]报道了一种采用气相色谱法分析三乙醇胺的方法,文献[8]采用 HP-INNOWAX 毛细管柱对工业三乙醇胺进行分析,我们在参考文献^[9-10]测定方法的基础上,确定了三乙醇胺测定的最佳条件。

本文研究了超声波萃取并测定三乙醇胺的方法,通过对某早强剂样品的反复实验建立了快速、准

确的提取方法,为水泥行业相关产品中三乙醇胺测定提供了有利工具。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:GC5400 气相色谱仪(江苏天瑞分析仪器有限公司);超声波清洗器(张家港市神科超声电子有限公司);电子天平(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司)。

试剂标样:乙醇、丙酮均为色谱纯,购于 ACROS 公司;三乙醇胺标准品购于美国 Accustandard 公司,纯度为 99.0%。

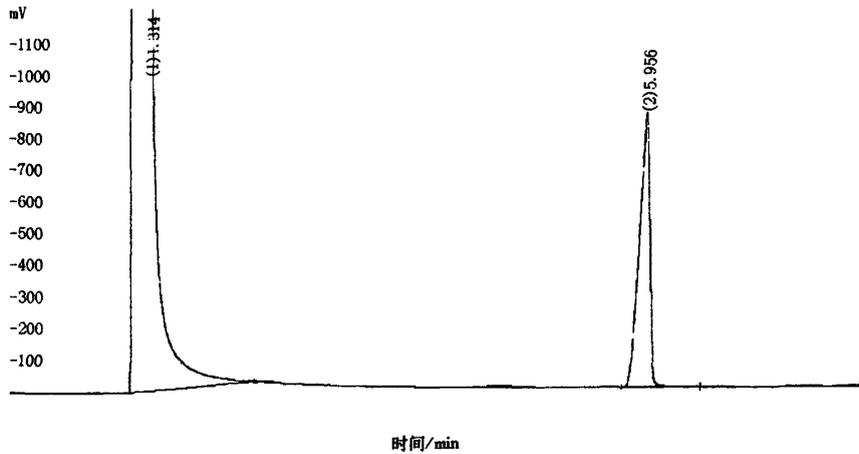
1.2 色谱条件

色谱柱:SE-54(30 m × 0.54 mm × 1.0 μm);载气:高纯氮气;柱前压:3.0 圈分流至 0.04 MPa;进样口温度:290℃;检测器温度 300℃;柱温:150℃保持 2min,以 8℃/min 速率升至 200℃保持 8min。

三乙醇胺标准样品色谱图见图 1。

收稿日期:2010-12-24

作者简介:张丹青(1987—),江苏南通人,工程师,大学本科,从事仪器分析研究。



1. 溶剂(乙醇) 2. 三乙醇胺
图 1 标准样品色谱图

Fig. 1 Chromatogram of standard sample

1.3 标准贮备液的配制

称取三乙醇胺 1.000g,于 100mL 的容量瓶中,用乙醇定容为 GC 的定性定量分析,并作为三乙醇胺的标准贮备溶液。

精确称取样品 0.2 g 于 10 mL 棕色容量瓶中。用乙醇定容。超声 10 min,静置 10 min。取上层清液用 0.45 μm 的有机滤膜过滤,存于玻璃样品瓶中,待测。

1.4 样品前处理

水泥早强剂样品色谱图见图 2。

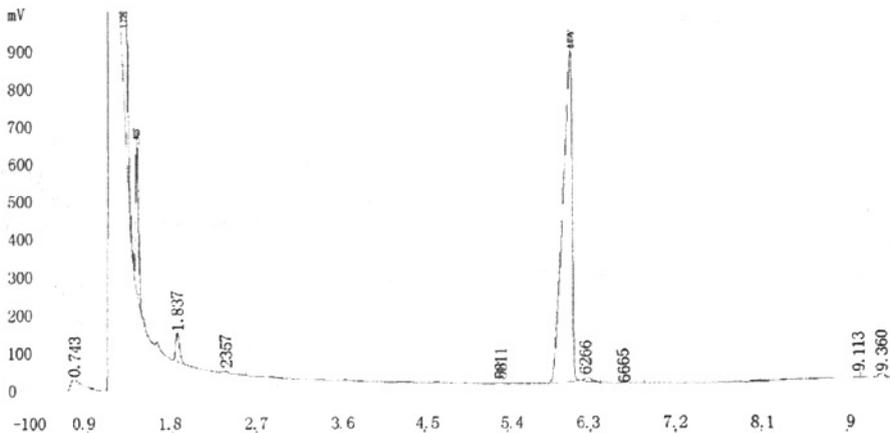


图 2 水泥早强剂样品色谱图

Fig. 2 Chromatogram of cement early strength agent

2 结果与讨论

2.1 样品的前处理

三乙醇胺能与丙酮、乙醇和水互溶,为此对样品的前处理溶剂进行了研究。发现采用丙酮做溶剂

时,水泥早强剂不能全溶于丙酮,三乙醇胺的回收率较低;采用水做溶剂时,水能溶解样品但水同时会溶解金属离子,金属离子的引入对色谱柱损伤较大,而水本身也会损伤色谱柱;采用无水乙醇做溶剂时,样

品可被充分溶解,同时不会进入金属离子,故使用乙醇作为萃取溶剂。

对超声萃取的时间进行了研究,选取了5,10,20min三个不同的萃取时间进行分析比较。发现萃取时间为10min时,萃取效率高于5min,而延长萃取时间至20min,萃取效率与10min相当。因此,选择采用10min超声萃取时间来萃取三乙醇胺。

2.2 线性范围和检出限

在选定的色谱条件下对一系列质量浓度的标准溶液(10.00,5.00,2.00,1.00,0.50,0.25,0.10mg/mL)进行分析。依次进样0.4 μL,绘制标准工作曲线,根据三倍信噪比(S/N)计算方法的检出限,得到本方法三乙醇胺的检出限,其相关数据如表1。

表1 标准溶液的线性方程和相关系数

线性范围/ng	线性方程	相关系数	检出限/(mg/kg)
40-4000	$y = 2910.3x - 150168$	0.9998	0.5

2.3 精密度实验

取10.012mg/mL的标液,连续进样六次,记录谱图和峰面积。计算相对标准偏差结果见表2。

表2 精密度实验结果

Table2 Precision of test results

组分	峰面积	平均峰面积	相对标准偏差 RSD/%
	11770068		
	11525895		
	11540116		
三乙醇胺	11468488	11551475	2.03
	11175152		
	11829130		

2.4 回收率实验

分别称取0.2g样品分别加入2mL 10,5,1mg/mL的标准溶液,每个样品平行测定3次,加标回收率见表3。

表3 三乙醇胺的平均回收率及相对标准偏差

Table3 Average recovery and relative standard deviation of Triethanolamine

样品编号	加标浓度/(mg/mL)	回收率/%	相对标准偏差 RSD/%
1	1	93.5	1.03
2	5	96.4	1.34
3	10	103.7	2.01

2.5 水泥早强剂样品的测定

称取0.2g同一样品6份,按2.1的方法处理样品。平行测定三乙醇胺的含量。6份样品的测试结果见表4。

表4 样品的三乙醇胺测试结果

Table 4 Triethanolamine six test results of samples

样品编号	三乙醇胺含量/(mg/g)	相对标准偏差 RSD/%
1	160.99	
2	161.62	
3	158.27	2.32
4	167.96	
5	167.38	
6	162.80	

3 结语

本文建立了一种快速有效的提取并测定早强剂中三乙醇胺的方法,将方法用于实际样品测试中,方法的线性范围、回收率、精密度等满足检测分析要求,同时可推广至水泥行业相关产品的三乙醇胺测定,为控制三乙醇胺的准确含量提供了全新的方法。

参考文献

- [1] 和春梅,马勤.三乙醇胺、乙二醇用作水泥助磨剂的实验研究[J].昆明冶金高等专科学校学报,2007(1):17-19.
- [2] 梁松,杨医博,莫海鸿,等.三乙醇胺对水泥土强度影响的试验研究[J].四川建筑科学研究,2008(1):139-141.
- [3] 陈宇峰,陆晓燕.蒸养条件下三乙醇胺对硅酸盐水泥水化性能的影响[J].中外医疗,2007(7):11-12.
- [4] 马保国,许永和,董荣珍.三乙醇胺对水泥初始结构和动力学性能的影响[J].建筑材料学报,2006(1):6-9.
- [5] 赵苏,郭兴华,田静.三乙醇胺在水泥-水界面的吸附现象及其促凝作用[J].混凝土,2010(4):66-70.
- [6] 施守国.混凝土结构表面蜂窝麻面形成的原因及处理[J].建厂科技交流,2004(2):95-96.
- [7] 抚顺北方化工有限责任公司.HG/T 3268-2002 中华人民共和国化工行业标准 工业用三乙醇胺[S].北京:中国标准出版社,2002.
- [8] 林福兰,熊冬生.三乙醇胺含量的气相色谱测定法[J].光谱实验室,2003(6):884-887.
- [9] 中国检验检疫科学研究院工业品所.SN/T 2107-2008 进出口化妆品中一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺的测定方法[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [10] 张颂红,章渊昶.采用气相色谱法测定工业用二乙醇胺中的杂质[J].林产化学与工业,2003(9):85-87.

(本文文献格式:张丹青,郑建明,肖时俊,等.气相色谱法测定早强剂中的三乙醇胺[J].山东化工,2011,40(4):44-46.)