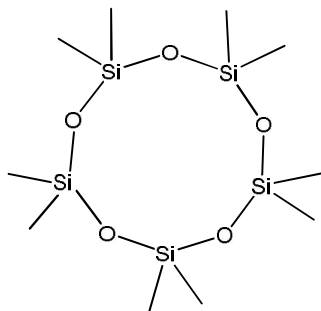


## 磐诺气相色谱对环硅氧烷 D5 含量的分析测试



D5 结构

## 1.1 色谱条件

磐诺 GC-A91 型主机，带 FID

进样口：300 度，分流比：10：1；检测器：FID，300 度；进样量：1 $\mu$ l。

色谱柱：GsBP-5 30m  $\times$  0.32mm  $\times$  0.25 $\mu$ m，柱流速：1.7ml/min，恒流；

程序升温：75 度，保持 3min，每分钟 15 度升温至 240 度，保持 3 分钟。

## 1.2 实验过程

## 1.2.1 内标储备液的配制

精密称取环己酮 41.2mg，用丙酮定容至 25ml，得每 ml 含环己酮 1.648mg 的内标储备液。

## 1.2.2 环硅氧烷 D5 储备液的制备

精密称取环硅氧烷 D5 25.2mg，用丙酮定容至 25ml，得每 ml 含环硅氧烷 D5 1.008mg 的环硅氧烷 D5 储备液。

## 1.2.3 标准溶液的配制

取 5 个 10ml 容量瓶，往其中添加适量丙酮后，依次准确加入环己酮内标储备液 1.0ml，然后再依次顺序加入环硅氧烷 D5 储备液 10 $\mu$ l、20 $\mu$ l、50 $\mu$ l、100 $\mu$ l、200 $\mu$ l 后，加入丙酮定容，摇匀后，即得环硅氧烷 D5 浓度范围为 1~20 $\mu$ g/ml 的 5 个标准溶液。标准溶液的浓度见表 1：

表 1 环硅氧烷 D5 标准溶液的浓度值

编号	D5 取样量( $\mu$ l)	D5 浓度( $\mu$ g/ml)	环己酮浓度( $\mu$ g/ml)
1ppm	10	1.008	
2ppm	20	2.016	
5ppm	50	5.04	164.8
10ppm	100	10.08	
20ppm	200	20.16	

## 1.3 实验结果

## 1.3.1 标准曲线

取 1.2.3 中编号 1-20ppm 标准溶液按照 1.1 中所述色谱条件进行分析，每个浓度平行进

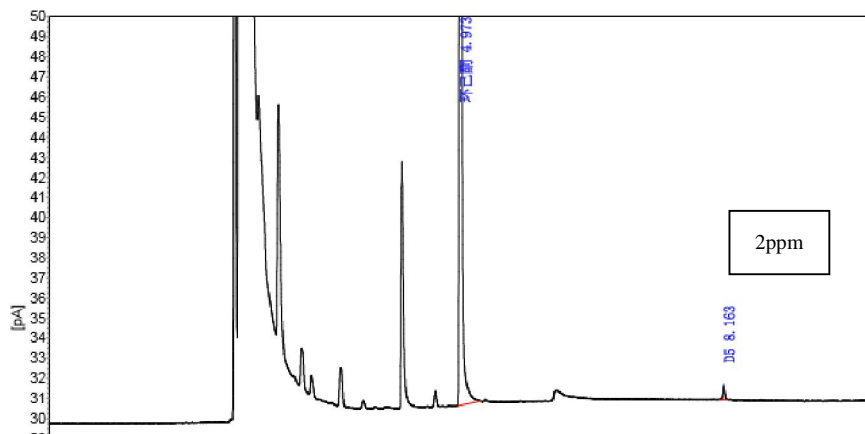
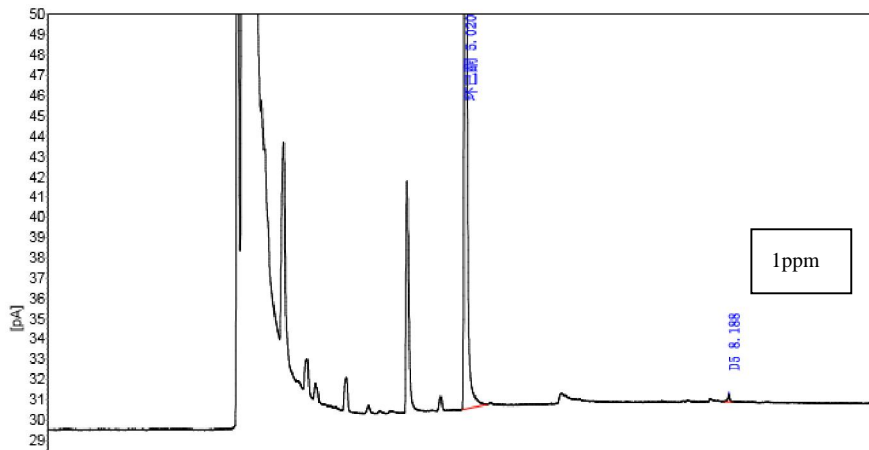
样 2 次，取平均值拟合标准曲线，结果见下表及相应色谱图。

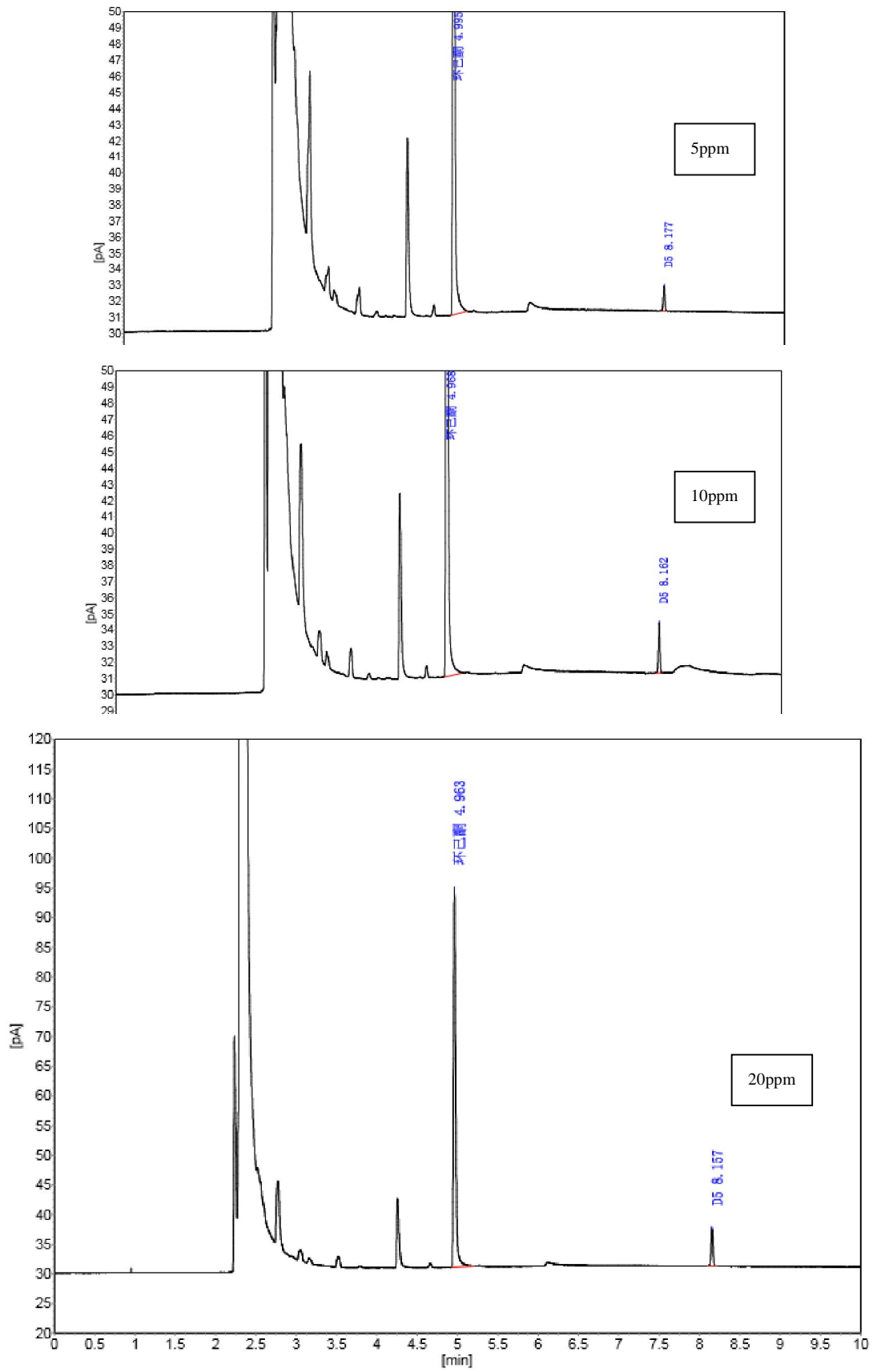
表 3 环硅氧烷 D5 气相色谱分析-标准曲线结果

编号	Cs/Ci	环己酮(i)	D5(s)	As/Ai	面积比平均值
1ppm-1	0.006117	130.70	0.64	0.004897	0.005087
1ppm-2		128.87	0.68	0.005277	
2ppm-1	0.012333	126.77	1.09	0.008598	0.008425
2ppm-2		130.89	1.08	0.008251	
5ppm-1	0.030583	128.30	2.51	0.019564	0.019735
5ppm-2		129.11	2.57	0.019906	
10ppm-1	0.061165	131.54	5.00	0.038011	0.038080
10ppm-2		130.02	4.96	0.038148	
20ppm-1	0.12233	130.13	10.01	0.076923	0.076263
20ppm-2		131.08	9.91	0.075603	

以 Cs/Ci 为横坐标，As/Ai 为纵坐标，进行线性回归，拟合后的回归方程为：

$y=0.61366x+0.000979$ ，相关系数  $r=0.9999$ ，x 代表 Cs/Ci，y 代表 As/Ai。





### 1.3.2 重复性试验

取 1.2.3 中编号 20ppm 标准溶液按照 1.1 中所述色谱条件进行分析，进样 6 次，重复

性试验结果见下表及相应色谱图。

表 2 环硅氧烷 D5 气相色谱分析-重复性试验结果

编号	峰面积		As/Ai
	环己酮(i)	D5(s)	
1	130.13	10.01	0.07692
2	131.08	9.91	0.07560
3	128.32	9.83	0.07661
4	131.71	10.07	0.07646
5	129.34	9.82	0.07592
6	130.53	10.01	0.07669
RSD%(n=6)	0.937	1.046	0.659

备注: As——环硅氧烷 D5 峰面积 ; Ai——内标物环己酮峰面积

#### 1.4 测定结果说明

采用 GsBP-5 色谱柱, 对色谱条件进行适当改变后, 以环己酮为内标物, 环硅氧烷 D5 为待测组分, 验证了环硅氧烷浓度在 1~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$  范围内的线性关系, 结果良好, 线性相关系数  $r > 0.999$ , 考查了以 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$  环硅氧烷 D5 标准溶液为代表, 验证了操作条件的重复性,  $\text{RSD}\% < 1\%$ 。实验证实, 气相色谱测定 1~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的环硅氧烷 D5 具有可行性。