

紫外分光光度法测定水中 N,N-二甲基乙酰胺

摘要

基于 N,N-二甲基乙酰胺 (DMAC) 的紫外吸收光谱在 190~230nm 区有强吸收, 建立一种紫外分光光度法测定 DMAC 含量的方法。在 196nm 处, DMAC 在 0~0.8% (色谱纯 DMAC 的 1000 倍稀释液所占的体积分数) 范围内符合比耳定律, 其 R^2 为 0.9998, 实际样品测定的平均回收率为 93.6%~103.5%, 相对标准偏差小于 2.38%。该方法的线性相关性好, 操作简便、快速, 适用于化纤等行业中对 N,N-二甲基乙酰胺的日常检测。

关键词

紫外分光光度法 N,N-二甲基乙酰胺 测定

N,N-二甲基乙酰胺 [DMAC, $\text{CH}_3\text{CON}(\text{CH}_3)_2$] 是一种优良的极性溶剂和重要的化工原料, 具有极性和非极性基团, 能与水和醇、醚、酯等有机溶剂混溶 [1], 主要用作氨纶、腈纶等合成纤维和一些合成树脂生产中的溶剂, 还可以用作医药、涂料和催化剂生产中的助剂, 用作合成抗菌素和杀虫剂的原料等。在氨纶和腈纶的生产中, 大量使用 DMAC 作溶剂, 并且对其品质的要求比较高。目前, 高端 DMAC 产品的国内需求仍然主要依赖于进口, 另外, DMAC 对人体有毒, 对环境有害 [2], 因此, 无论是从提高经济效益的角度, 还是从保护人员健康、生态环境的角度来看, 实现对其含量的快速、准确检测都显得尤为重要。文献 [3~6] 报道的 DMAC 测定方法主要是气相色谱法, 用于车间空气、水和废水的监测。但是该法所用的仪器价格较高、测定时间较长、运行成本也较高。本文根据 DMAC 的分子特性, 通过实验建立一种紫外分光光度法, 并考察方法的准确度和精密度, 结果表明, 本方法操作简便、快速、

准确，适用于氨纶、腈纶等行业对 DMAC 的日常检测。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂 UV-6100 型紫外可见分光光度计(上海美谱达仪器有限公司), HUMAN POWER 超纯水器(韩国 HUMAN 公司)。DMAC 标准使用液:准确移取 100 μ L 的色谱纯 DMAC 至 100mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,摇匀,该溶液相当于将色谱纯 DMAC 稀释 1000 倍。本实验使用的 DMAC 试剂由某氨纶股份有限公司提供,色谱纯,质量分数 99.9%;实验用水为超纯水,自制。

1.2 实验方法在 50.0mL 容量瓶中,准确加入一定量的 DMAC 标准使用液,用超纯水定容。使用 1cm 石英比色皿,以超纯水为参比,于 196nm 处测量吸光度,采用紫外分光光度法进行定量分析。

2 结果与讨论

2.1 测量波长的选择准确移取 50 μ L、400 μ L 的 DMAC 标准使用液,分别置于 50.0mL 容量瓶中,按实验方法操作,配制成 DMAC 标准使用液的体积分数各占 0.1%、0.8% 的标准溶液。然后,以超纯水为参比,在 190~400nm 波长范围内,分别对上述标准溶液进行光谱扫描(中速,2nm 光谱带宽),绘制吸收曲线(见图 1)。结果表明,所测物质的最大吸收波长都位于 196nm 处,且吸光度值与 DMAC 浓度呈线性相关。所以,选择测量波长为 196nm。图 1 吸收光谱 1. 0.8% 标准溶液;

2. 0.1% 标准溶液

2.2 标准曲线的绘制准确移取 0 μ L、50 μ L、100 μ L、200 μ L、300 μ L、400 μ L DMAC 标准使用液于 50.0mL 容量瓶中,用超纯水定容,制备成 DMAC 标准使用液的体积分数为 0、0.1%、0.2%、0.4%、0.6%、0.8% 标准系列,波长 196nm 处测定其吸光度 $1 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$,根据最小二乘法得出的线性回归方程为

$Y=0.00206X+0.00839$ (Y 为吸光度 ; X 为 DMAC 标准使用液的移取量 , μL) ,
 $R^2=0.9998$ 。结果表明 , DMAC 标准使用液的体积分数在 0~0.8% (即 50.0mL 容
量瓶中 , DMAC 标准使用液的移取量在 0~400 μL) 范围内符合比耳定律。

2.3 样品的测定及精密度实验本实验对某氨纶股份有限公司提供的实际水样
1# 和 2# 分别进行 DMAC 含量测定 , 并考察方法的精密度。用超纯水将两种样品
分别稀释 1000 倍后 , 按实验方法进行吸光度测定 , 从标准曲线中得出 DMAC 标
准使用液的移取量 (μL) , 将其换算成色谱纯 DMAC 的稀释倍数 , 再根据色谱纯的
质量分数为 99.9% , 计算样品中的 DMAC 含量 , 最终结果以质量分数表示。平行
操作 6 次 (见表 1)。表 1 样品的测定结果 ($n=6$)

项目	1#	2#	测定值 / μL
L259.5666	136.6930	254.8862	137.8262
260.1086	140.6525	272.6226	141.3242
259.5	1741		

33.2443 265.9714 136.0525 平均值 / μL 262.1121 137.6321 质量分数
/% 0.520.27 RSD/% 2.382.19 由表 1 可知 , 相对标准偏差小于 2.38% , 表明该法的
重复性较好。

2.4 准确度实验

2.4.1 相对误差的测定 准确移取 40 μL 、80 μL 、150 μL 、250 μL 、350 μL 、
450 μL 的 DMAC 标准使用液于 50.0mL 容量瓶中 , 用超纯水定容 , 制备成 DMAC
标准使用液的体积分数为 0.08%、0.16%、0.30%、0.50%、0.70%、0.90% 的标准
系列 , 用本方法进行测定。每个浓度水平取 3 个平行样 (见表 2)。

由表 2 可知 , 相对误差在 $\pm 2.91\%$ 之内 , 表明该法准确度较好。

2.4.2 回收率的测定 将一定量的 DMAC 标准溶液分别加入到 1# 和
2# 样品中 , 进行回收率测定 , 平行操作 3 次。两个样品的平均回收率分别为 93.6%、

103.5% , 表明该法的准确度较好。表 2 实验的相对误差测定 (n=3)实际取样量 / μL
测定结果 / μL 平均测定结果 / μL 相对误差 /%
1234036.358740.0037
40.149538.8373 -2.918077.570879.2718 80.486779.1098 -1.11150149.5461
148.9629 155.1836 151.2309 0.82250260.8867 251.9931 251.5557 254.8118
1.92350351.4269 346.4212 345.7894 347.8792 -0.61450442.7447 440.6063
446.7298 443.3603 -1.472.5

注意事项

为确保实验结果的准确度和精密度 ,用本方法测定 DMAC 含量应注意以下几点 : (1) 由于测量波长 196nm 位于紫外区的低端 ,且 DMAC 在 190~230nm 范围内有较强吸收 ,所用紫外可见分光光度计的杂散光、噪声、波长准确度等指标均应较好 ,才能最大限度地降低仪器带来的系统误差 ; (2) 应选用准确度和重复性较好的移液管或移液器 ,保证移液操作的精确性 ; (3) 实验用水的纯度应较高 ,所用容量瓶、石英比色皿等应保持洁净 ,尽量减少微量杂质带来的误差。

3 结论

通过实验建立一种紫外分光光度法测定 N,N-二甲基乙酰胺 (DMAC) 含量的新方法。该法操作过程简便、快速 ,准确度和精密度均较好 ,适合氨纶、腈纶等行业对 DMAC 的日常检测。

参考文献

- 1 周公度主编 . 化学辞典 [M] , 北京 : 化学工业出版社 , 2004
- 2 刘德辉 . 化学危险品最新实用手册 [M] , 北京 : 中国物资出版社 , 1995

3 中华人民共和国国家标准 . 工作场所空气有毒物质测定 , 酰胺类化合物 [S] , GBZ/T160.62-2004. 北京 : 中国标准出版社 , 2004

4 郁沁明 , 钱枫 , 赵海英等 . 车间空气中二甲基乙酰胺、丁酮和癸烷的气相色谱分析 [J] , 理化检验 - 化学分册 , 2006 , 42 (8) : 614~616

5 李小娟 . 毛细管气相色谱法同时测定空气中二甲基甲酰胺和二甲基乙酰胺 [J] , 光谱实验室 , 2006 , 23 (3) : 619~622

6 唐访良 , 朱文 . 气相色谱法测定水和废水中 N,N- 二甲基甲酰胺和 N,N- 二甲基乙酰胺 [J] , 理化检验 - 化学分册 , 2006 , 42 (11) : 941~942

上海美谱达仪器有限公司