

水泥缓凝剂挥发性成分定性分析

1 实验部分

1.1 仪器与设备

GC-MS3100 型气质联用仪

恒温烘箱或其他控温装置

5mL 移液枪

20mL 顶空瓶，及其配套的顶空瓶盖和垫，压盖钳

1mL 一次性医用注射器和 5# 针头

1.2 样品处理

分别量取一定量的样品于 20mL 顶空瓶中，密封后放入烘箱中 100℃ 加热平衡 40min，然后用 1mL 一次性医用注射器取一定体积的上部气体进 GC-MS 分析。

1.3 分析条件

样品量：量取 7mL 样品于顶空瓶中。

色谱条件：Equity-5 (30m×0.25mm×0.25μm) 石英毛细管柱，柱前压 30KPa，分流进样，分流比：25:1，进样量：0.4mL，汽化室：150℃，柱温：35℃保持 4min，然后以 10℃/min 升至 205℃，保持 5min。

质谱条件：EI 源，电子能量 70eV，离子源 150℃，接口 150℃，扫描方式：全扫描定性，扫描范围：25u~280u；溶剂峰时间：1.55min（避过空气峰），电子倍增器高压：1100V。

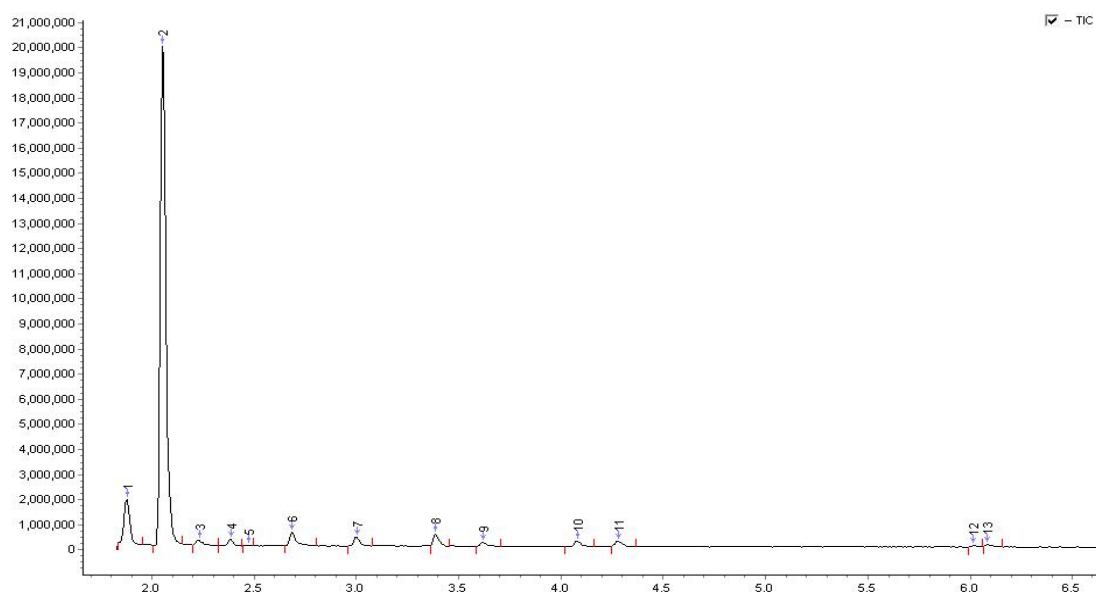
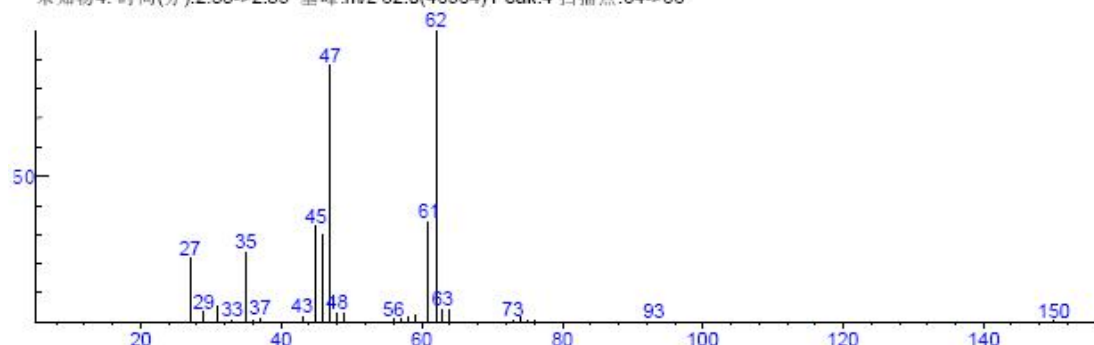


图 1 水泥缓凝剂全扫描色谱图

表 1 水泥缓凝剂挥发性成分测定结果

峰号	中文名称	英文名称	CAS 号
1	乙醛	Acetaldehyde	75-07-0
2	乙醇	Ethanol	64-17-5
3	丙酮	Acetone	67-64-1
4	二甲基硫醚	Dimethyl sulfide	75-18-3
5	乙酸甲酯	Acetic acid, methyl ester	79-20-9
6	2-甲基丙醛 (异丁醛)	Propanal, 2-methyl-	78-84-2
7	2,3-丁二酮	2,3-Butanedione	431-03-8
8	乙酸乙酯	Ethyl Acetate	141-78-6
9	2-甲基-1-丙醇	1-Propanol, 2-methyl-	78-83-1
10	3-甲基丁醛	Butanal, 3-methyl-	590-86-3
11	2-甲基丁醛	Butanal, 2-methyl-	96-17-3
12	3-甲基-1-丁醇	1-Butanol, 3-methyl-	123-51-3
13	2-甲基-1-丁醇	1-Butanol, 2-methyl-	1565-80-6

未知物4: 时间(分):2.38->2.39 基峰:m/z 62.0(46964) Peak:4 扫描点:64->66



Dimethyl sulfide

LibID:-1 分子式:C2H6S 分子量:62 离子数量:37

SI%:94 CAS#:75183 NIST#249200

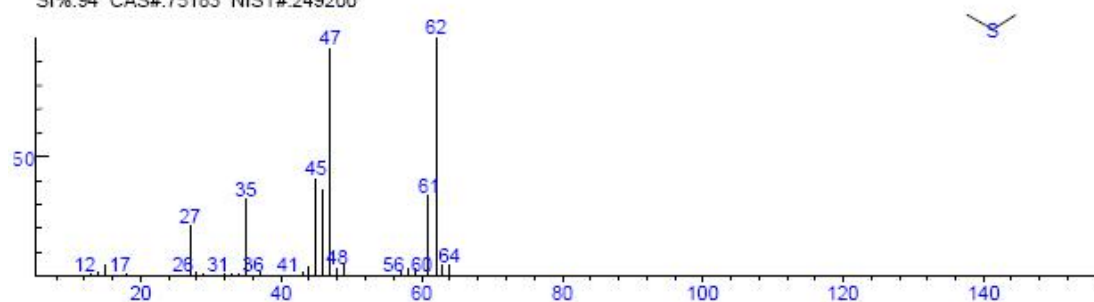
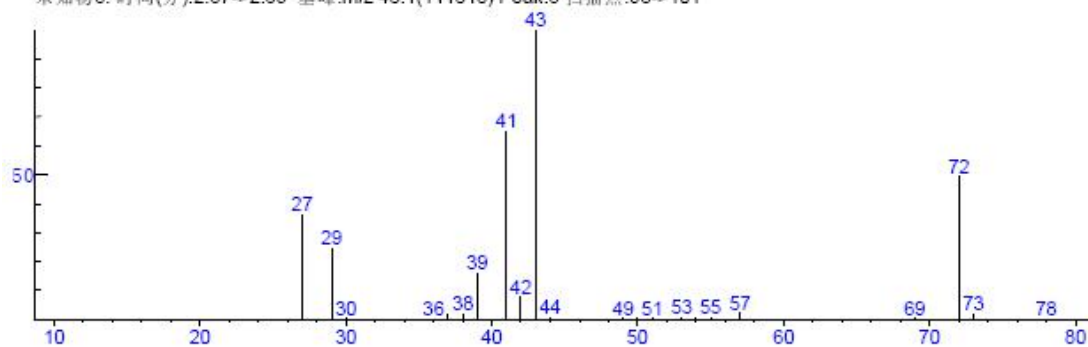


图2 4# 峰质谱图及检索结果

未知物6: 时间(分):2.67->2.69 基峰:m/z 43.1(111818) Peak:6 扫描点:98->101



Propanal, 2-methyl-

LibID:-1 分子式:C4H8O 分子量:72 离子数量:42

SI%:91 CAS#:78842 NIST#291424

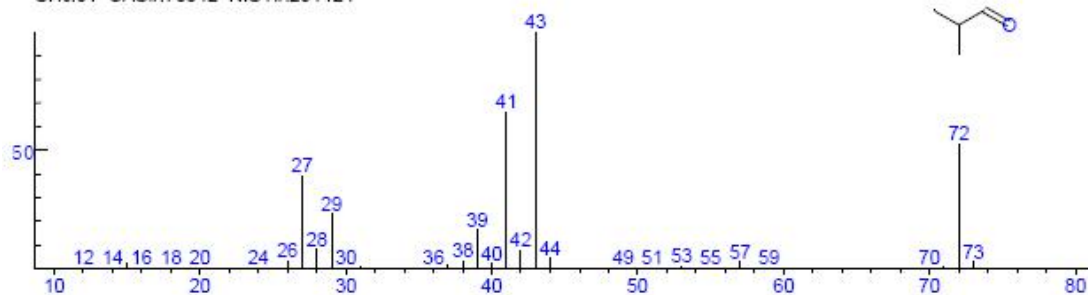
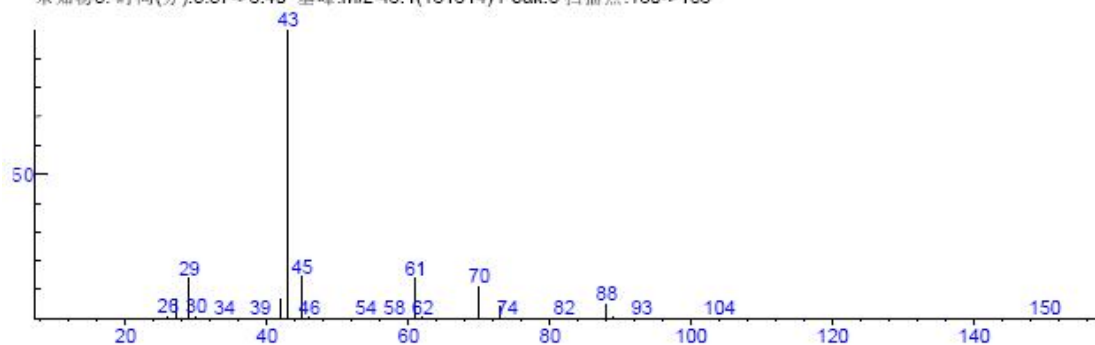


图3 6# 峰质谱图及检索结果

未知物8: 时间(分):3.37->3.40 基峰:m/z 43.1(151814) Peak:8 扫描点:180->183



Ethyl Acetate

LibID:-1 分子式:C4H8O2 分子量:88 离子数量:41

SI%:92 CAS#:141786 NIST#:118511

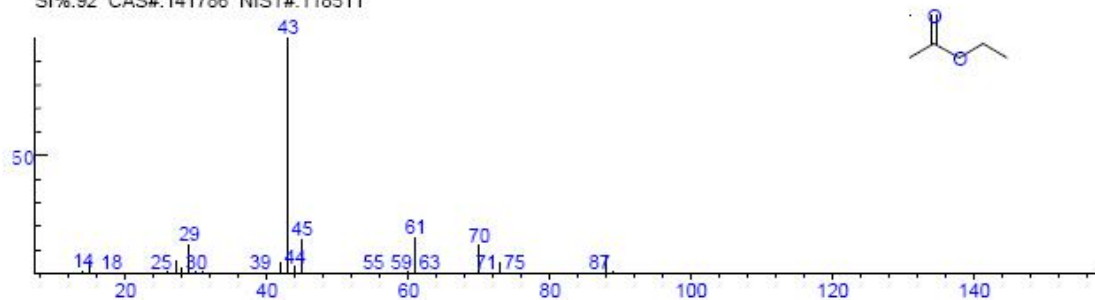


图4 8# 峰质谱图及检索结果