

HPLC 同时测定电解液中吸氢剂和缓蚀剂

林灵超¹, 陈再洁²

(1. 浙江福立分析仪器有限公司, 浙江 温岭 317511; 2. 月旭材料科技(上海)有限公司, 上海 215300)

摘要: 本实验建立了高效液相色谱法检测电解液中吸氢剂对硝基苯甲醇、缓蚀剂间硝基乙酰苯的含量的方法。在 HPLC-FL2200-II 上, 采用 Ultimate® AQ-C18 色谱柱, 流动相为甲醇-水, 检测波长为 254 nm, 流速为 1.0 mL/min, 温度为 35 °C。对硝基苯甲醇的线性关系为 $y=50075x+19824$, $R^2=0.9999$, 平均回收率为 98.50%; 间硝基乙酰苯的线性关系为 $y=63907x+1185.2$, $R^2=0.9998$, 平均回收率为 98.94%。本方法简单, 准确, 重现性好, 可用于电解液中吸氢剂对硝基苯甲醇、缓蚀剂间硝基乙酰苯的含量的测定。

关键词: HPLC-FL2200-II; 电解液; 吸氢剂; 缓蚀剂; 电容器

中图分类号: TM2; TM912.9 文献标志码: A 文章编号: 1008-7923(2011)06-0342-03

HPLC simultaneously determination of hydrogen absorbent and corrosion inhibitor in the electrolyte

LIN Ling-chao¹, CHEN Zai-jie²

(1. ZheJiang FuLi Analytical Instrumentation Co., Ltd., Taizhou, Zhejiang 317511, China;

2. Welch Materials, Inc., Shanghai 201203, China)

Abstract: The experiment established a method of determining 4-nitrobenzyl alcohol and 3-nitroacetophenone in the electrolyte by HPLC. By HPLC-FL2200-II, with Ultimate® AQ-C18, the mobile phase was methanol-water, the detection wavelength was 254 nm, the flow rate was 1.0 mL/min, the column temperature was 35 °C. The linear equation of 4-nitrobenzyl alcohol was $y=50075x+19824$, $R^2=0.9999$, the average recovery was 98.50%. The linear equation of 3-Nitroacetophenone was $y=63907x+1185.2$, $R^2=0.9998$, the average recovery was 98.94%. This method was simple, accurate and reproducible, and can be used for determining 4-nitrobenzyl alcohol and 3-nitroacetophenone in the electrolyte.

Key words: HPLC-FL2200-II; electrolyte; hydrogen absorbent; corrosion inhibitor; capacitor

作为铝电解电容器实际阴极的工作电解液, 其性能的好坏直接影响着电容器的使用温度范围、寿命和电容器的可靠性。当今, 电解电容器正向小型化

和长寿命方向发展, 而其失效的主要模式为电容器内部压力过大, 防爆阀打开^[1]。因此, 在电解液中加入适当的吸氢剂是极为必要的, 而对硝基苯甲醇是一种吸氢效果较好的吸氢剂。

在阳极中, 阳极腐蚀也是减少电容器寿命的一

收稿日期: 2011-08-16

作者简介: 林灵超(1987-), 男, 浙江省人, 助理工程师。

Biography: LIN Ling-chao(1987-), male, assistant engineer.

个很重要的影响因素。为增加其寿命,需在电解液中加入缓蚀剂^[2]。汤泽聪^[3]就尝试过一种新型的缓蚀剂间硝基乙酰苯,实验结果说明它对氯离子的腐蚀有很好的抑制作用。

吸氢剂和缓蚀剂并不是使用越多越好,只有达到某一个含量时,才能达到最好的效果,这时候就需要对其进行定量的测试。传统方法上,并未出现 HPLC 测定吸氢剂或缓蚀剂含量的方法。所以本文采用 HPLC 法,同时测定吸氢剂与缓蚀剂,方法简单,准确,重现性好,可用于电解液中吸氢剂对硝基苯甲醇、缓蚀剂间硝基乙酰苯的含量的测定。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:高效液相色谱仪 FL2200-II(浙江福立分析仪器有限公司生产);Ultimate® AQ-C18 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm,月旭材料(上海)有限公司生产);电子天平(万分之一精度,北京时利和电子有限公司生产);超声清洗器(浙江福立分析仪器有限公司生产)。

试剂:对硝基苯甲醇对照品(99%,美国进口);间硝基乙酰苯对照品(99.5%,美国进口);甲醇(色谱级,HoneyWell 公司生产);水,二次蒸馏水,等。

标准溶液储备液的配制:精密称取对硝基苯甲醇对照品 0.1116 g、间硝基乙酰苯对照品 0.0119 g,用流动相溶解并定容于 50 mL 白容量瓶中,待用。

标准溶液的配制:移取 0.5 mL 标准溶液储备液,以流动相溶解,并定容于 25 mL 白容量瓶中,过滤,待用。

1.2 样品处理

样品溶液的配制:精密称取某充电后电解液 0.8312 g,用流动相溶解并定容于 25 mL 白容量中,过滤,待用。

1.3 色谱条件

色谱柱:Ultimate® AQ/4.6 mm×250 mm,5μm;流动相:甲醇+水,体积比 35:65;流速:1.0 mL/min;柱温:35℃;特征波长:254 nm;进样量:20 μL。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的优化

在不同的流动相体系(甲醇-水、乙腈-水)、不同的柱温(室温、30℃、40℃、50℃)、不同的色谱柱

(XB-C18、ASB-C18、XBP-C18、AQ-C18)的条件下,考察了标准溶液和样品溶液的分离效果,色谱图如图 1 所示,电解液样品的色谱图见图 2。

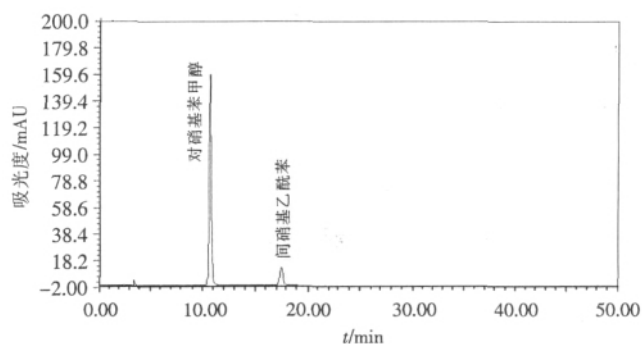


图 1 标准溶液色谱图

Fig.1 The liquid chromatogram of standard solution

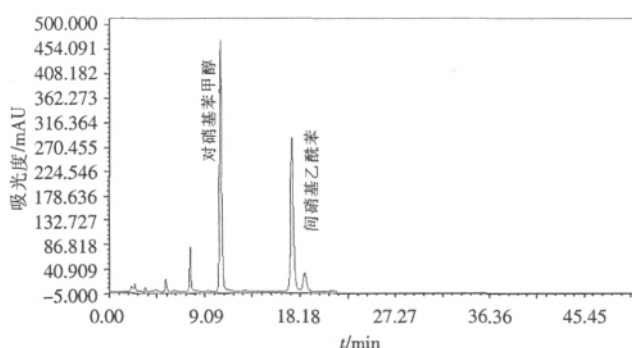


图 2 电解液样品色谱图

Fig.2 The liquid chromatogram of the electrolyte sample

结果表明,在 1.3 的色谱条件下,能得到标准的峰形,且对硝基苯甲醇、间硝基乙酰苯能与样品中的杂质有很好的分离。

2.2 精密度实验

取标准溶液 20 μL,按照 1.3 色谱条件,连续进样 6 针,计算各自组分的保留时间与峰面积的相对标准偏差(RSD,%),结果如表 1 所示。

表 1 标样精密度实验结果

Table 1 The precision test of the standard samples

标样	保留时间		峰面积	
	t/min	RSD/%	S/μA·s	RSD/%
对硝基 苯甲醇	10.7033	10.6922	160635.0	164632.5
	10.7001	10.7021	165553.2	159832.0
	10.7011	10.6995	165632.4	162349.0
间硝基 乙酰苯	17.4910	17.4955	1415.2	1420.5
	17.5631	17.4821	1416.3	1462.5
	17.4869	17.4632	1416.8	1419.5

由表 1 可知,2 种组分的定性、定量 $RSD(\%)$ 均符合要求,说明该方法精密度良好。

2.3 重复性试验

取电解液样品,按照 1.2 项方法,同时制备 6 份样品溶液,按照 1.3 项下色谱条件,各取 20 μL 进样测定;同时对对照品溶液进行检测,按照单点外标法定量,计算 6 份样品检测结果,并计算其相对标准偏差 ($RSD, \%$),结果见表 2。

表 2 样品含量重复性实验结果					
Table 2 The repeatability test of the contents of samples					
样品	测试含量			平均值	相对标准偏差 $RSD/\%$
对硝基苯甲醇	0.50	0.51	0.49	0.50	1.5107
	0.50	0.50	0.49		
间硝基乙酰苯	0.35	0.35	0.34	0.35	1.4895
	0.34	0.35	0.35		

由表 2 可知,2 种组分实验结果 (RSD) 符合要求,说明该方法重复性良好。

2.4 标准曲线绘制

分别移取标准溶液 2 mL、1 mL、0.5 mL、0.1 mL、0.05 mL,用流动相溶解并定容于 25 mL 白容量瓶中,按 1.3 项色谱条件,依次分析各标准溶液,以峰面积($\mu\text{A}\times\text{s}$)为纵坐标,以浓度(g/mL)为横坐标,记录实验数据,见表 3。分别绘制标准曲线,见图 2、图 3。

表 3 标准曲线数据					
Table 3 The data of standard curves					
测试项	对硝基苯甲醇			间硝基乙酰苯	
浓度/ $\text{g}\cdot\text{mL}$	178.56	89.28	44.64	19.04	9.52 4.76
	8.928	4.464		0.952	0.476
峰面积/ $\mu\text{A}\times\text{s}$	8940563.5	4544645.8		1214092.4	620135.2
	2231759.9	457649.5		299952.5	61346.4
	242648.1			31025.6	
线性	$y=50075x+19824$ $R^2=0.9999$			$y=63907x+1185.2$ $R^2=0.9998$	

2.5 回收率试验

称取 6 份电解液样品,每份为 0.5 g,每三份为一组,第一组加入标准溶液 0.4 mL,第二组加入标准溶液 0.5 mL,以流动相溶解并定容于 25 mL 白容量瓶

中,照 1.3 色谱条件检测回收率,结果见表 4。

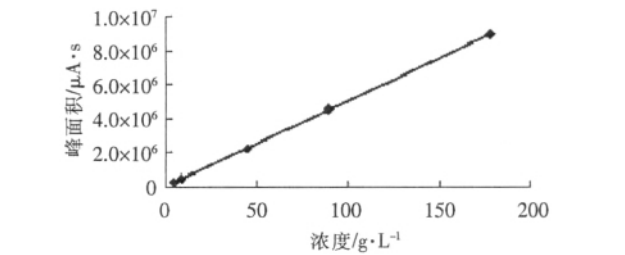


图 2 对硝基苯甲醇标准曲线
Fig.2 The standard curve of 4-nitrobenzyl alcohol

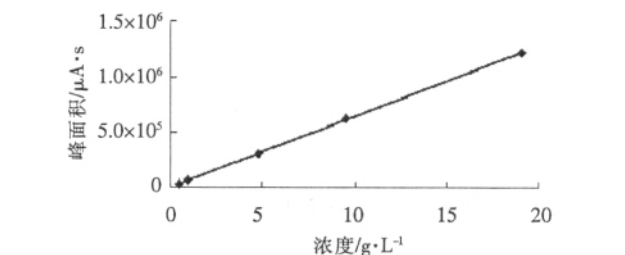


图 3 对硝基苯甲醇标准曲线
Fig.3 The standard curve of 3-nitroacetophenone

表 4 样品回收率检测结果					
Table 4 The recovery results of the samples					
样品	回收率/%			平均值/%	相对标准偏差 RSD/%
对硝基苯甲醇	98.80	97.65	97.99	98.50	0.5589
	98.77	99.05	98.76		
间硝基乙酐苯	99.23	99.01	98.86	98.94	0.1968
	98.65	99.02	98.88		

3 结论

本文建立了高效液相色谱法检测电解液中吸氢剂对硝基苯甲醇、缓蚀剂间硝基乙酰苯含量,方法简单、准确、重现性好,可用于电解液中吸氢剂对硝基苯甲醇、缓蚀剂间硝基乙酰苯的含量的测定。

参考文献:

[1] 张常山,朱绪飞,宋晔,等.刘霖几种常见吸氢剂与吸氢效果[J].电子元件与材料:研究与试剂,1999(12): 18-20.
[2] 王新龙,宋晔,朱绪飞.铝电解电容器中缓蚀剂的应用研究进展[J].电子元件与材料:研究与试剂,2000, 6.
[3] 汤泽聪,坂本清志,大桥伸一.电解コンデンサ駆動用電解液[P].日本专利:特开平 8-330193,1995.