

• 分析与检测 •

气相色谱法测定乙二醇的含量

杨箴立, 贺攀科

(河南化学工业技师学院, 河南 开封 475002)

摘 要 采用气相色谱法(GC)测定乙二醇含量,色谱柱为3% FFAP 不锈钢填充柱,载气为氮气,氢火焰离子化检测器。结果表明乙二醇含量在0.003~1.11 kg/L 范围内与峰面积呈良好的线性关系,平均回收率为99.53%。方法简便、准确、重复性好,可用于乙二醇含量的测定控制。

关键词 气相色谱法;乙二醇;含量测定

中图分类号:O657.71

文献标识码:B

文章编号:1003-3467(2010)07-0061-02

乙二醇又名甘醇、1,2-亚乙基二醇,是无色无臭、有甜味的液体,有毒性,乙二醇能与水、丙酮互溶,在醚类中溶解度较小。可用来合成涤纶等高分子化合物,还可用作薄膜、橡胶、增塑剂、刹车油等原料,又是常用的高沸点溶剂,其60%的水溶液的凝固点为-40℃,所以可用作冬季汽车散热器的防冻剂和飞机发动机的制冷剂等。近年来中国、东南亚等地区的涤纶纤维和瓶用聚酯的需求量快速增长,乙二醇的需求量也随之大幅度上升,因此乙二醇的含量测定就显得十分重要。当前实验室的主要测定方法是用品红亚硫酸法,变色酸法测定其酸度^[1-2]。本文拟采用气相色谱法测定乙二醇的含量,以期对乙二醇的质量控制和评价提供较科学的依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

GC-4000A 气相色谱仪,GC5000A 气相色谱工作站(北京东西分析仪器有限公司);AE.3% FFAP 填充柱(兰州中科安泰分析科技有限责任公司);电子天平;氢气发生器;空气压缩机。

1.2 试剂

乙醇、丙酮,均为分析纯;乙二醇对照品,市售;工业用乙二醇样品1(扬子石化)、样品2(茂名石化)、样品3(天津石化),均为优等品。

2 方法及结果

2.1 对照品溶液配制

用差减法精密称取乙二醇对照品2.0 g,于50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液。

2.2 供试品溶液的配制

精密量取用微孔滤膜过滤后的样品10.00 mL,置于50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。

2.3 色谱条件

采用GC-4000A型气相色谱仪。AE.3% FFAP 不锈钢填充柱(2 m×3 mm) 载气为氮气 氢火焰离子化检测器 柱温205℃ 检测器温度230℃ 汽化室温度220℃ N₂ 流速40 mL/min H₂ 流速30 mL/min Air 流速300 mL/min 进样量为0.2 μL。结果见图1。

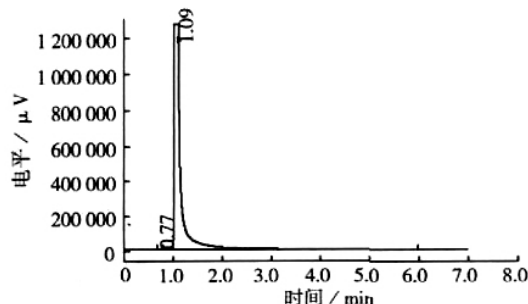


图1 乙二醇对照品的气相色谱图

2.4 工作曲线绘制

精密量取对照品储备液1.00、2.00、2.50、3.00、4.00、5.00 mL,分别置于10 mL 容量瓶中,用

收稿日期:2010-02-08

作者简介:杨箴立(1964-),男,高级生产实习指导教师,从事职业教育教学及化工科学研究工作,电话:13803786586。

丙酮稀释至刻度,摇匀,从而配制一系列浓度的标准溶液,依次进样,按上述色谱条件进行测定,以乙二醇的浓度为横坐标,以相应峰面积比值为纵坐标,将所得数据进行线性回归。回归曲线方程为 $y = 4.541\rho - 0.019$,线性相关系数(r)为 0.9991。乙二醇浓度在 0.003 ~ 1.11 kg/L,具有较好的线性。

2.5 精密度试验

量取 10.00 mL 乙二醇对照品储备液,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,连续进样 6 次,按照上述色谱条件进行测定,由回归方程计算得到乙二醇的含量,结果见表 1。

表 1 精密度实验结果($n=6$)

测定值 / $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$						平均值	RSD/%
1	2	3	4	5	6	g/L	
7.88	8.00	8.01	7.94	7.96	7.90	7.95	0.66

2.6 重复性试验

取同一批供试品,按 2.2 供试品溶液的配制分别配制 6 份。按照上述色谱条件进行测定,由回归方程计算得到乙二醇的含量。评价测定结果的重复性,结果见表 2。

表 2 重复性实验结果($n=6$)

测定值 / $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$						平均值	RSD/%
1	2	3	4	5	6	kg/L	
0.223	0.223	0.228	0.225	0.225	0.222	0.224	0.96

2.7 加样回收率试验

在已知量的供试品溶液中,精密加入一定量的 3 个水平的对照品,配制线性范围内高、中、低 3 个浓度的溶液。在上述色谱条件下测定,进行加标回收实验,计算回收率,结果见表 3。

表 3 回收率测定结果

本底值/g	加入量/g	回收量/g	回收率/%
	5.00	5.13	102.60
0.22	2.00	1.97	98.50
	0.4	0.39	97.50

2.8 稳定性试验

取同一个供试品溶液,在上述色谱条件下,每隔 2 h 进样 1 次,共进样 5 次,按照上述色谱条件进行

测定,由回归方程计算得到乙二醇的含量。结果见表 4。

表 4 稳定性测定结果

测定值 / $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$					平均值	RSD/%
1	2	3	4	5	kg/L	
0.223	0.220	0.221	0.219	0.217	0.220	0.93

2.9 样品分析

用差减法精密量取适量的 3 批样品,依 2.2 项制成供试品溶液,均以 0.2 μL 进样,在上述色谱条件下进行测定,以外标法计算乙二醇的含量。结果见表 5。

表 5 样品测定结果

样品号	测定值 / $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$	平均值 / $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$
样品 1	1.113	1.112
	1.112	
样品 2	1.113	1.114
	1.114	
样品 3	1.112	1.112
	1.111	

3 讨论

从精密度实验、重复性实验、加样回收率实验的结果来看,该方法的精密度、重复性、加样回收率良好,符合分析测定的要求。

稳定性实验的结果表明,乙二醇在 10 h 内稳定性较好,测定结果准确可靠,但是随着时间的增加,乙二醇的含量还是有所下降,因此测定时要注意掌握好测定时间。

本文建立的测定乙二醇的方法,简便、快速,结果准确、可靠,可用于工业乙二醇的含量测定。

参考文献:

- [1] 《化工企业空气中有毒物质测定方法》编写组. 化工企业空气中有毒物质测定方法[M]. 北京:化学工业出版社,1983.
- [2] 全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会. GB/T 4649-2008,工业用乙二醇[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

与国外同类产品一致,完全可以推广应用,且原料来源广泛、充足,无三废处理。

参考文献:

- [1] 康美秀. 润滑油调合的先进工艺及应用[J]. 石油商技,2001,19(1):11-15.

(上接第 42 页)

本试验以南阳原油生产的石蜡、微晶蜡及蜡下油为原料,在添加了合适的添加剂后,成功研制出了符合市场需求的系列地板防水蜡,产品配方合理,生产工艺简便易行,工艺条件适当,经用户使用比较,