

三乙酸甘油酯的酯含量测定方法研究

张鼎方¹ 陆 鸣²

(1. 龙岩卷烟厂技术中心, 福建 龙岩 3640212 福建中烟工业公司, 福建 厦门 361004)

摘 要:本文采用气相色谱 - 质谱法分析检测三乙酸甘油酯的酯含量, 并对照用经典方法检测的结果, 探索用气相色谱 - 质谱法检测三乙酸甘油酯的酯含量的可行性和实用性。

关键词:三乙酸甘油酯; 酯含量; 气相色谱 - 质谱法

中图分类号:O657. 63 **文献标识码:**A **文章编号:**1009 - 8143(2006)04 - 0043 - 02

Research on the Testing Method for Ester in Triacetin

Zhang Dingfang Lu Ming

(1 Technology center of Longyan Cigarette Factory, Longyan, Fujian, 364021, China

2 Fujian Industry Corporation of China Tobacco, Xiamen, Fujian, 361004, China)

Abstract: Comparing with the testing results of the classic methods, the feasibility and practicability of analysis of ester in triacetin by using GC - MS is explored in this paper

Key words: Triacetin; Ester; Gas chromatography - mass spectrometry analysis

三乙酸甘油酯是一种应用广泛的有机工业原料, 在卷烟咀棒生产中, 是卷烟咀棒成型的主要用料之一, 是卷烟咀棒中醋酸纤维素束束必不可少的增塑剂, 此外还可作为纤维束的添加剂和香料留香剂等, 对卷烟成品的吸味有着一定的影响, 其质量的优劣将直接影响滤棒的生产质量, 而三乙酸甘油酯的酯含量是影响其质量的主要决定因素。对于三乙酸甘油酯的酯含量测定, 烟草行业标准 (YC/T144 - 1998) 采用经典的皂化滴定法, 需要纯化溶剂、配制标准溶液等过程, 操作复杂, 过程影响因素多, 无法做到快速、简便的测定其结果。本文采用气相色谱 - 质谱法检测三乙酸甘油酯, 无需复杂前处理, 步骤简单、快速, 其结果与经典皂化法检测结果对照, 表明检测结果较为准确。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

材料:选取车间现场使用的 A、B 两种三乙酸甘油酯

试剂:无水乙醇 (分析纯, 含量不小于 99.7%)、氢氧化钾 (分析纯, 含量不小于 82.0%)、盐酸 (分析纯, 含量 36 - 38%)、无水丙酮 (分析纯, 含量不小于

99.5%)、铝粉 (含量在 99.0% 以上) 等

仪器:HP - GC/MS 气质联用仪 (6890GC/5973MSD、带自动进样装置) (美国安捷伦科技公司);

1.2 测定方法

1.2.1 经典皂化法 (详见标准 YC/T144 - 1998 《烟用三乙酸甘油酯》)

1.2.2 气相色谱 - 质谱法

1.2.2.1 色谱条件

HP - 5MS 弹性石英毛细管柱 (60m × 0.25mm × 0.25μm); 柱流速 1.5ml/min; 进样口温度: 220℃; 进样方式: 分流进样, 分流比 10:1; 进样量: 2μL; 柱温: 采取程序升温, 60 (2min) ~ 240℃ (6℃/min)。

1.2.2.2 质谱条件

传输线温度: 240℃; 电子能量: 70eV; 离子源温度: 230℃; 扫描范围: 30 - 500 amu。

谱图检索:NIST、WILEY 和结构谱图库三个谱库进行检索。

1.2.2.3 样品处理

由于考虑到将三乙酸甘油酯直接进样, 浓度过大, 可能影响峰形, 将三乙酸甘油酯与无水丙酮按 1:1 体积混合后, 取其混合液进 GC/MS。

收稿日期: 2006 - 4 - 18

作者简介: 张鼎方 (1975~), 男, 工程师, 从事烟草化学分析工作。E-mail: zdf4273@163.com

2 结果与讨论

2.1 重复性实验

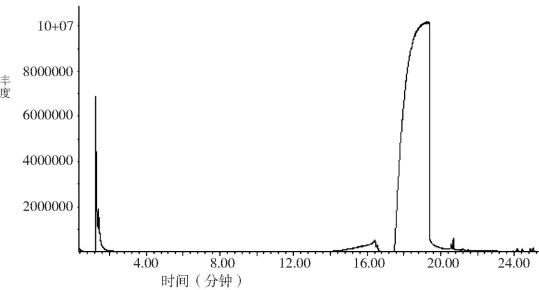
根据 GC/MS定性结果,通过检测样品 A 的五个平行实验,将样品 A 的质谱图扣除丙酮溶剂峰积分后所得三乙酸甘油酯质谱峰的面积百分比,即为样品的相对酯含量,所得结果,相对偏差为 0.15%,说明该方法重复性很好。

2.2 气相色谱 - 质谱法检测样品结果

分别将样品 A、样品 B 按前述进样条件进行气相色谱 - 质谱法检测,获得质谱的总离子流色谱图见图 1、图 2,鉴定结果见表 1。

表 1 样品分析结果

	样品 A	样品 B
二乙酸甘油酯相对含量 (%)	3.19	2.86
三乙酸甘油酯相对含量 (%)	96.57	96.83
相对酯含量 (%)	99.76	99.69



1 三乙酸甘油酯样品 A GC - MS总离子流色谱图

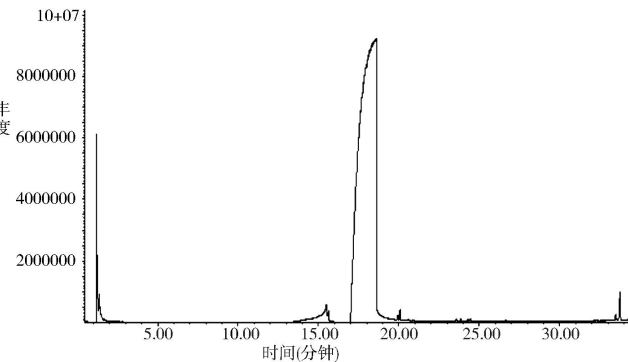


图 2 三乙酸甘油酯样品 B GC - MS总离子流色谱图

2.3 两种方法样品检测结果对照分析及探讨

为了对照两种方法检测的差异情况,分别取了

不同入厂批次的 A、B 两种正常使用中样品对其酯含量用两种方法进行检测对比,详见表 2。

表 2 不同批次样品酯含量检测数据汇总表

样品编号	皂化法测酯含量	GC - MS法测相对酯含量
样 A1	98.69	99.76 (96.57 + 3.19)
样 B1	98.73	99.69 (96.83 + 2.86)
样 A2	98.64	99.67 (96.53 + 3.14)
样 B2	98.79	99.72 (96.93 + 2.79)
样 A3	98.56	99.49 (96.67 + 2.82)
样 B3	98.71	99.54 (97.13 + 2.41)

注:表 2“GC - MS法测相对酯含量”列中括号内的数值为三乙酸甘油酯相对含量 + 二乙酸甘油酯相对含量

从检测结果来看,用经典皂化法所测酯含量比 GC - MS法所测酯含量偏低一些,分析其原因可能是由于二乙酸甘油酯皂化反应消耗氢氧化钾少于三乙酸甘油酯,但计算时仍按三乙酸甘油酯的消耗量换算含量,因此用皂化法测酯含量结果本身就偏低。而从 GC - MS法所测结果看,三乙酸甘油酯相对含量越高的样品,所测酯含量结果与皂化法所测结果越接近。这也可以说明这一点。

相比经典皂化法,用气相色谱 - 质谱法测酯含量前处理简单,检测快速准确,可操作性好,结果数据与皂化法所测值可比性强。从结果分析正常使用的三乙酸甘油酯酯含量用 GC - MS法测值均在 99.0%以上,且在生产现场使用过程中,无异常情况发生。因此,采用气相色谱 - 质谱法代替经典皂化法来检测酯含量是可行的。

参 考 文 献

[1] 陈守堂. 三醋酸甘油酯的气相色谱分析 [J]. 化学工程师, 1988, 4: 35 - 36
[2] 蔺庆. 三甘酯的酯含量分析 [J]. 化工商品检测, 1997, 4: 17 - 21.
[3] 汪律, 林杰骅. 探索三醋酸甘油酯入库检验方法、控制来料质量 [J]. 上海烟业, 2003, 1: 9 - 11.