

GC 法测定工业用乙二醇中 8 种杂质含量

GC-147

摘要: 本文建立了气相色谱仪检测工业用乙二醇中 8 种杂质含量的分析方法, 分析结果表明: 在此分析条件下, 8 种杂质分离良好。参考标准 GB/T 14571.2-2018, 丙二醇和三乙二醇检出限为 0.002%, 实际测试得到信噪比大于 6, 其他 6 种杂质检出限为 0.001%, 实际测试信噪比均大于 3, 满足标准要求。采用浓度为 0.025% 的标准溶液测试 8 种杂质的校正因子, 并用校正面积归一化法计算 5 个不同浓度的标准溶液中杂质的含量, 与实际配制浓度比较计算回收率, 0.01%~0.05% 标准溶液回收率为 85%~110%, 重复实验 6 次, 相对标准偏差均小于 5%, 回收率和重复性良好。

关键词: 气相色谱仪 乙二醇 杂质

乙二醇是一种重要的有机化工原料, 主要用于生产聚酯、防冻液和精细化学品, 随着聚酯行业的发展, 国内乙二醇的需求量显著提高, 以煤为原料的煤制乙二醇技术应运而生。煤制乙二醇副反应会产生一些杂质, 这些杂质的出现对产品纯度、UV 值乃至下游聚酯行业都有一定的影响。

2018 年 3 月发布的 GB/T 14571.2-2018 中规定

了测定工业用乙二醇中 8 种杂质的气相色谱检测方法及其检出限要求。与 GB/T 14571.2-1993 年相比, GB/T 14571.2-2018 检测的杂质种类增加, 检出限降低, 所以有必要参考标准建立新的岛津解决方案。

本文建立了工业用乙二醇中 8 种杂质含量测定的气相色谱分析方法, 分离较好, 分析时间短, 满足标准 GB/T 14571.2-2018 要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪: GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色谱柱: DB-624, (30 m×0.32 mm×1.8 μm)
柱温程序: 80°C (5 min)_{15°C/min} 230°C (10 min)
进样量: 0.8 μL
检测器温度: 300°C
氢气流量: 40 mL/min

色谱柱压力: 56.8 kPa
进样方式: 分流进样 (分流比为 50:1)
空气流量: 400 mL/min
尾吹流量: 30 mL/min

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

以乙二醇为溶剂配制浓度为 0.05% 的 8 种杂质混合标准溶液, 8 种杂质及乙二醇色谱图见图 1, 相关化合物信息见表 1。

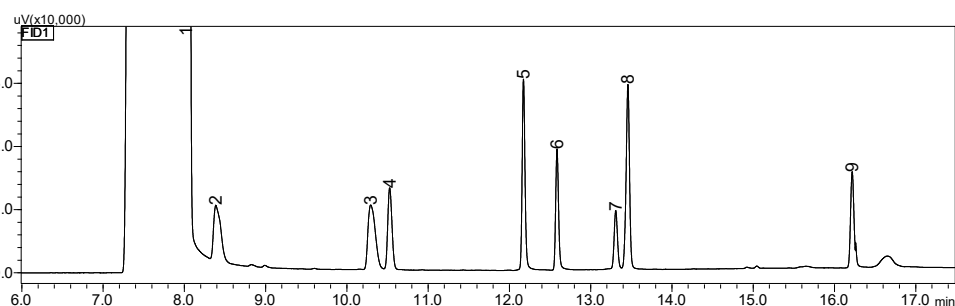


图 1 乙二醇及 8 种杂质色谱图 (杂质浓度为 0.05%)

表 1 乙二醇及 8 种杂质信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙二醇	Ethylene glycol	107-21-1	8.07
2	丙二醇	Propylene glycol	200-338-0	8.40
3	1,2- 丁二醇	1,2-Butanediol	584-03-2	10.30
4	1,3- 二氧杂烷 -2- 甲醇	(1,3-Dioxolan-2-yl)methanol	5964-68-8	10.54
5	1,4- 丁二醇	1,4-Butylene glycol	110-63-4	12.18
6	二乙二醇	Diethylene glycol	111-46-4	12.6
7	1,2- 己二醇	1,2-Hexanediol	6920-22-5	13.32
8	碳酸乙烯酯	Ethylene carbonate	96-49-1	13.47
9	三乙二醇	Triethylene glycol	112-27-6	16.23

2.2 检出限

GB/T 14571.2-2018 标准方法规定：1,2- 丙二醇和三乙二醇的检出限为 0.002%，其余 6 种杂质检出限为 0.001%。根据标准方法规定以空白乙二醇为溶剂，配制浓度为 0.002% 和 0.001% 的 8 种杂质组分标准溶液，测得色谱图见图 2，对应的信噪比见表 2。

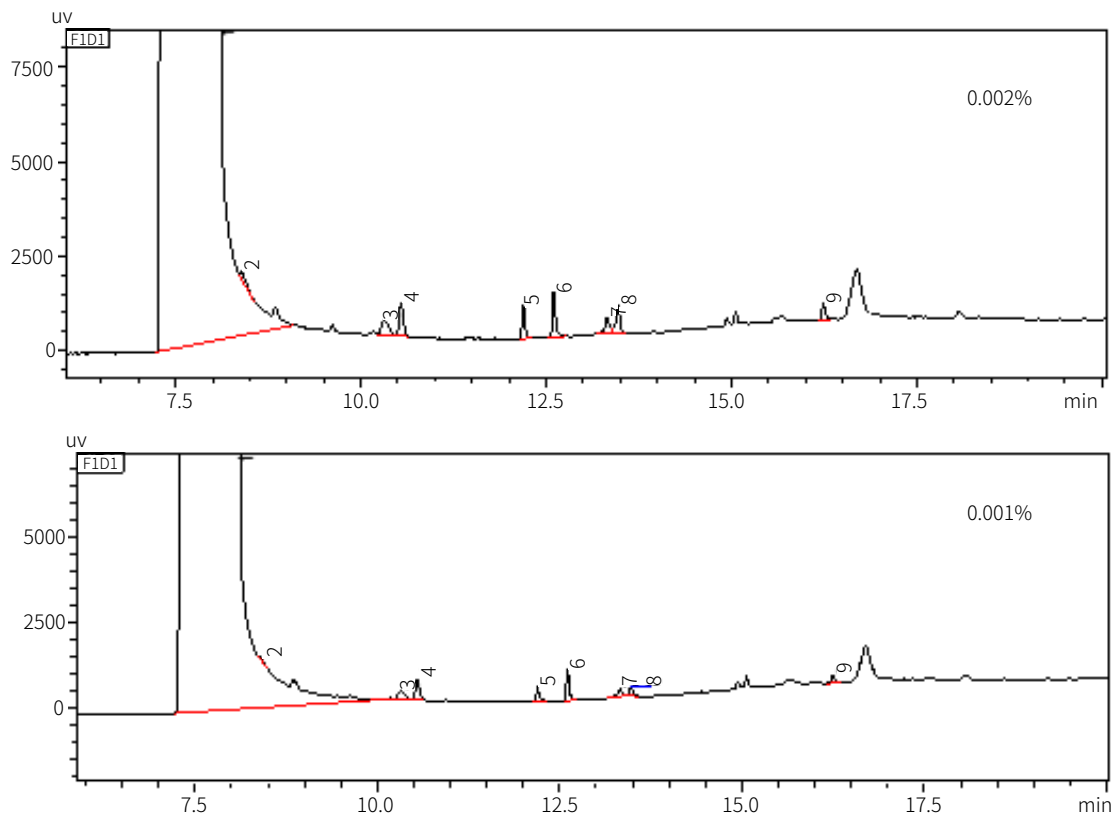


图 2 浓度为 0.002% 和 0.001% 的标准溶液色谱图

表 2 0.002% 和 0.001% 浓度标准溶液时信噪比结果

No.	化合物	0.002% 浓度 S/N	0.001% 浓度 S/N
1	丙二醇	6.98	-
2	1,2- 丁二醇	-	4.76
3	1,3- 二氧杂烷 -2- 甲醇	-	11.82
4	1,4- 丁二醇	-	8.20
5	二乙二醇	-	17.58
6	1,2- 己二醇	-	3.25
7	碳酸乙烯酯	-	5.88
8	三乙二醇	15.30	-

2.3 准确性与精密度

用乙二醇配制 8 种杂质标准溶液，浓度分别为 0.01、0.015、0.025、0.04 和 0.05%，以 0.025% 标准溶液测定校正因子，用校正面积归一化法对其他标准溶液进行定量分析，并与实际配制浓度相比计算回收率，重复测试 6 次，计算相对标准偏差。回收率为 85~110%，6 次重复测试相对标准偏差小于 5%，回收率和重复性良好。具体结果见表 3

表 3 回收率及重复性实验结果 (n=6)

No.	浓度	回收率 %	RSD%
1	0.01%	85~110	<4.98
2	0.015%	90~105	<1.54
3	0.04%	98~105	<2.27
4	0.05%	98~110	<1.67

备注：RSD% 为各个浓度下 8 种杂质中峰面积 RSD% 的最大值

■ 结论

本文建立了气相色谱仪检测工业用乙二醇中 8 种杂质含量的分析方法，分析结果表明：参考标准 GB/T 14571.2-2018，8 种杂质分离良好，丙二醇和三乙二醇检出限为 0.002%，在此检出限浓度下两个组分的信噪比均大于 6，其他 6 种杂质检出限为 0.001%，在检出限浓度下六个组分的信噪比均大于 3，满足标准要求。采用浓度为 0.025% 的标准溶液测试 8 种杂质的校正因子，并用校正面积归一化法计算 5 个不同浓度的标准溶液中杂质的含量，与实际配制浓度比较计算回收率，0.01~0.05% 标准溶液回收率为 85~110%，重复实验 6 次，相对标准偏差均小于 5%，回收率和重复性良好。本方法可应用于工业用乙二醇中丙二醇、1,2- 丁二醇、二乙二醇等 8 种杂质含量的测定。

岛津应用云

