

气相色谱法测定工业用丙二醇甲醚乙酸酯含量

GC-268

摘要：本文利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了工业用丙二醇甲醚乙酸酯含量的测定方法。对丙二醇甲醚乙酸酯及其杂质，连续 6 次进样，丙二醇甲醚乙酸酯及其杂质的峰面积 RSD 值均小于 1%，重复性好，完全满足日常检测的要求。

关键词：气相色谱法 丙二醇甲醚乙酸酯

技术特点：

- ❖ 样品无需处理，可直接进样分析。
- ❖ 各化合物能有效分离，定量结果准确。

丙二醇甲醚乙酸酯 (PGMEA)，是一种低毒的高级工业溶剂。由于其分子中有醚、羰基、酯、烷基等多种官能团，因此对非极性物质和极性物质都有很强的溶解能力，主要用作油墨、高档油漆、纺织染料、光刻胶的溶剂及半导体、液晶显示屏等精密电子元器件的清洗剂。

丙二醇甲醚乙酸酯主要是以丙二醇甲醚、乙酸为原料经酯化反应制得，制得的丙二醇甲醚乙酸酯

中可能会含有丙二醇甲醚、2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯等有机杂质。有机杂质的存在会导致产品性能、可靠性和寿命下降，因此监测丙二醇甲醚乙酸酯中的有机杂质至关重要。

本文参考 HG/T 3940-2007《工业用丙二醇甲醚乙酸酯》，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了工业用丙二醇甲醚乙酸酯及其杂质的检测方法，可为工业用丙二醇甲醚乙酸酯的质量控制提供参考。

■ 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：	SH-Stabilwax-DA, 30 m×0.25 mm×0.25 μm		
柱温程序：	110°C (10 min)_20°C /min_240°C (3 min)		
进样口温度：	240°C	载气控制模式：	恒线速度
线速度：	30.0 cm/sec	检测器温度：	250°C
进样方式：	分流进样	空气流量：	400 mL/min
分流比：	50:1	氢气流量：	40 mL/min
进样量：	0.2 μL	尾吹气流量：	30 mL/min
检测器：	FID 检测器		

■ 样品前处理

样品无需处理，直接进样分析。

■ 结果与讨论

3.1 丙二醇甲醚乙酸酯溶剂色谱图

取工业用丙二醇甲醚乙酸酯溶剂，经气相色谱仪测定，得到丙二醇甲醚乙酸酯溶剂色谱图如下所示。

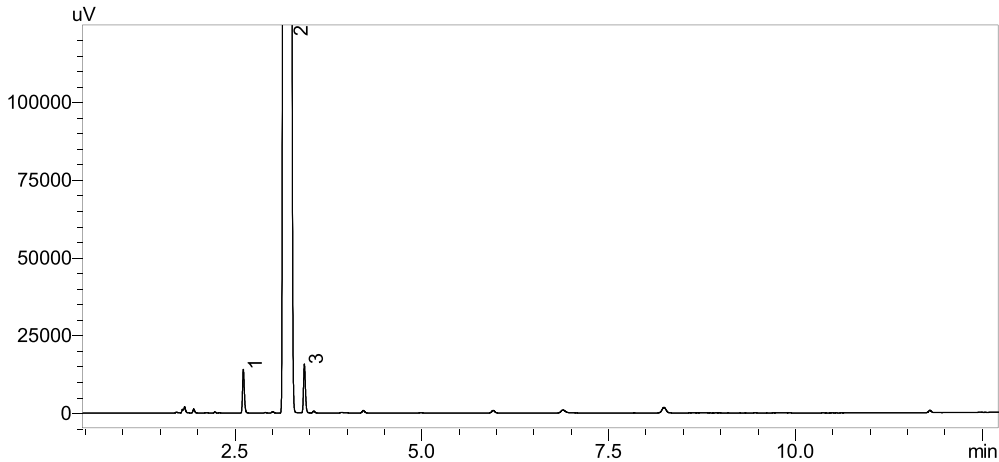


图 1 丙二醇甲醚乙酸酯溶剂色谱图

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	丙二醇甲醚	1-Methoxy-2-propanol	107-98-2	2.635
2	丙二醇甲醚乙酸酯	1-Methoxy-2-propyl acetate	108-65-6	3.208
3	2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯	2-Methoxy-1-propyl acetate	70657-70-4	3.442

3.2 重复性测试

取丙二醇甲醚乙酸酯溶剂，连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 2。

表 2 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	丙二醇甲醚	23204	23462	23342	23386	23115	23201	0.57
2	丙二醇甲醚乙酸酯	27112858	27479405	27168996	27312384	26995503	27145037	0.62
3	2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯	27730	28123	27834	28021	27774	27756	0.58

3.3 定量计算

根据标准要求，按照面积归一法计算丙二醇甲醚乙酸酯及 2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的含量。计算公式如下：

$$\omega_1 = (100 - \omega_2) \times \frac{A}{\sum A_i}$$

ω_1 : 丙二醇甲醚乙酸酯或 2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的质量分数 (%)

ω_2 : 样品中水分含量 (%)

A: 丙二醇甲醚乙酸酯或 2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的峰面积

$\sum A_i$: 各组分的峰面积之和

3.4 样品测试

取不同厂商提供的工业用丙二醇甲醚乙酸酯溶剂进行测试。某厂商丙二醇甲醚乙酸酯溶剂色谱图见图 2。按标准要求，计算丙二醇甲醚乙酸酯纯度时需扣除水分，采用面积归一法计算得到丙二醇甲醚乙酸酯含量，同时溶剂中 2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的质量分数还需符合不得超过 0.4% 的要求。

不同厂商丙二醇甲醚乙酸酯溶剂测试结果见表 3，测试结果表明 3 个样品均符合标准要求。

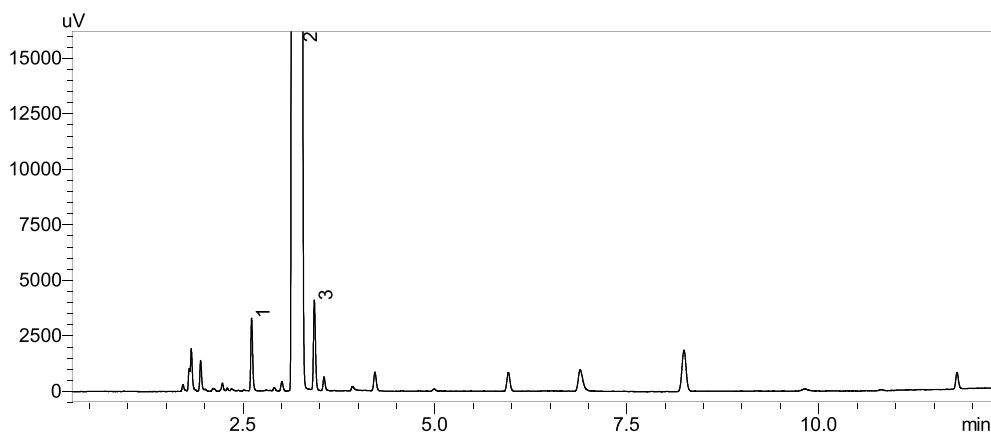


图 2 某厂商丙二醇甲醚乙酸酯溶剂色谱图

表 3 不同厂商工业用丙二醇甲醚乙酸酯溶剂测定结果

样品名称	丙二醇甲醚乙酸酯含量 (%)	2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量 (%)
丙二醇甲醚乙酸酯溶剂 #1	99.752	0.012
丙二醇甲醚乙酸酯溶剂 #2	99.810	0.027
丙二醇甲醚乙酸酯溶剂 #3	99.754	0.057

■ 结论

本文使用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了工业用丙二醇甲醚乙酸酯的测定方法。取丙二醇甲醚乙酸酯溶剂连续 6 针进样，丙二醇甲醚乙酸酯及其杂质峰面积 RSD 值均小于 1%。该方法完全满足日常检测的要求，可为工业用丙二醇甲醚乙酸酯质量控制提供参考。

岛津应用云

