

气相色谱法测定 1,4- 丁炔二醇的组成及含量

GC-302

摘要：本文采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪建立了 1,4- 丁炔二醇精馏工艺样品的组成及含量的测定方法，使用极性毛细管色谱柱实现了多种主要组分的分离并用氢火焰离子化检测器检测。该方法稳定可靠，各组分连续三次峰面积比重复性均 RSD% < 2.5%；内标法定量简便易操作，分析时间快速，20 min 以内完成，可广泛应用于 1,4- 丁炔二醇生产企业的精馏工艺中间过程质量控制和产品检测。

关键词：气相色谱仪 1,4- 丁炔二醇 氢火焰离子化检测器

技术特点：

- ❖ 采用 DB-FFAP 毛细管色谱柱，一次进样可实现 1,4- 丁炔二醇生产工艺样品的分离，分析时间 20 min 以内。
- ❖ 内标法定量简便准确，避免了因为进样量不准确带来的误差，方法稳定重复性好，满足中控和成品的需要。

1,4- 丁炔二醇 (BYD) 沸点 185°C，熔点为 -50°C。相对密度为 1.053，折光率为 1.4428。1,4- 丁炔二醇具有高度的反应活性，且不稳定。作为一种重要的有机化工原料，主要是通过乙炔和甲醛在催化剂铜 / 铋及碱性条件下生成，其在化工领域的应用广泛，涵盖电镀、高分子材料、有机合成、溶剂及表面活性剂等多个方向。其独特的化学性质（炔键与双羟基）使其在高性能材料合成和绿色化工中具有重要地位。未来，

随着环保和高值化需求的提升，BYD 在新能源材料（如锂电池）和绿色合成工艺中的应用将进一步拓展。

本文结合现有炔醛法反应工艺特点和产物分布情况，采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，使用强极性 FFAP 毛细管色谱柱，建立 1,4- 丁炔二醇精馏工艺样品的组成及含量的测定方法，实现了多种主要杂质组分的分离并准确定量，满足了 BYD 生产中间过程质量控制和产物检测的需求，方法简单易操作。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪；AOC-20i 自动进样器

1.2 分析条件

色 谱 柱	: DB-FFAP 25 m×0.32 mm×0.5 μm		
柱 温	: 0°C (4 min) → 15°C /min → 160°C (0 min) → 30°C /min → 230°C (6 min)		
载 气	: N ₂	进 样 方 式	: 分流进样
载气控制方式	: 恒线速度	进 样 量	: 0.2 μL
线 速 度	: 31.9 cm/sec	分 流 比	: 50:1
进 样 口 温 度	: 280°C	FID 温 度	: 280°C

■ 样品前处理

2.1 标准品的制备

准确称取适量甲醇、1,4- 丁炔二醇标准物质，配制各组分的浓度接近于实际测试样品中的浓度梯度（30%~50% 的 1,4- 丁炔二醇）标准样品 1、标准样品 2、标准样品 3，混匀后作为标准样品使用，各标样组分浓度列于下表 1~ 表 3。

表 1 标准样品 1 中各组分浓度, % (m/m)

No.	中文名称	浓度 %
1	甲醇	0.32
2	1,4- 丁炔二醇	30.89
3	水	余量

表 2 标准样品 2 中各组分浓度, % (m/m)

No.	中文名称	浓度 %
1	甲醇	2.07
2.	1,4- 丁炔二醇	39.90
3	水	余量

表 3 标准样品 3 中各组分浓度, % (m/m)

No.	中文名称	浓度 %
1	甲醇	2.99
2	1,4 丁炔二醇	49.65
3	水	余量

2.2 内标溶液的制备

根据工艺供方的建议, 本次实验预配制质量浓度为 35% 的 1,4- 丁二醇水溶液如表 4 所示。

表 4 内标溶液中各组分浓度, % (m/m)

No.	中文名称	浓度 %
1	1,4- 丁二醇	35.00
2	水	余量

2.3 样品制备

准确移取 BYD 精馏工艺样品原液约 800 μ L, 加入相同体积的内标溶液于色谱瓶中, 充分摇动混合均匀, 制备得到待测的样品。

■ 结果与讨论

3.1 标准气体的色谱图

按照 1.2 方法条件分析 2.3 制备得到的样品, 其色谱图如图 1 所示, 各组分信息列于表 5 中。

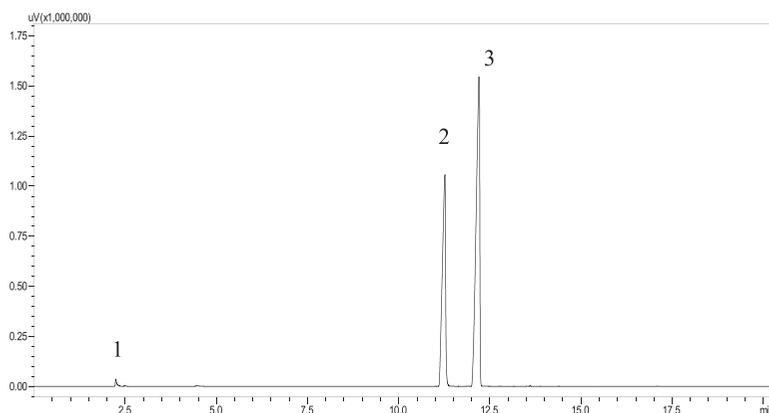


图 1 标准样品色谱图

表 5 制备标准样品中各组分名称、CAS 号以及保留时间

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	甲醇	Methanol	67-56-1	2.239
2	1,4- 丁二醇 (内标物)	1,4-Butanediol	110-63-4	11.284
3	1,4- 丁炔二醇	1,4-butyne-2,3-diol	110-65-6	12.124

3.2 重复性

使用 2.1 标样连续进样 3 次，考察仪器的重复性。峰面积比重复性结果列于表 6 中，从表中可以看出，各组分的重复性良好，RSD 均小于 2.49%。

表 6 标准样品中各组分的峰面积比重复性 RSD% (n=6) 及检出限

No.	化合物名称	保留时间 (min)	3 个浓度点 (%)		
			标准样品 1	标准样品 2	标准样品 3
1	甲醇	4.515	0.68	2.49	1.32
2	1,4- 丁炔二醇	20.906	1.18	0.62	0.54

3.3 标准曲线和检出限

依次分别完成标样 1~ 标样 3 各 3 次平行进样，计算仪器线性和检出限 (S/N=3) 列于表 7，各组分线性均大于 0.999、检出限均小于 0.01%。

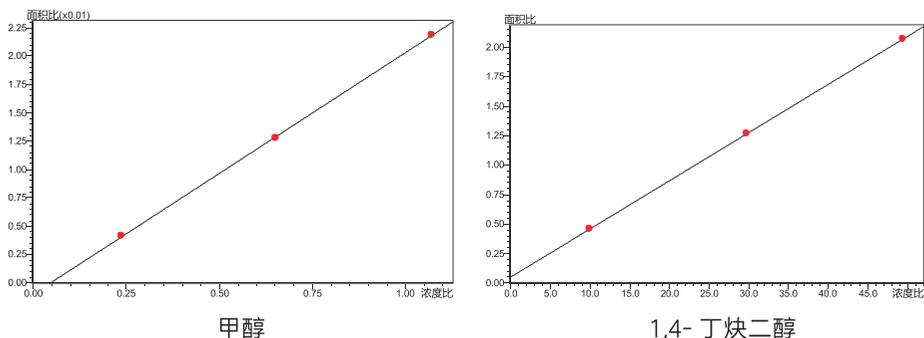


表 7 标准样品中各组分的校准曲线及检出限

No.	中文名称	线性相关系数 R ²	检出限 (%)
1	甲醇	0.9997	0.00828
2	1,4- 丁炔二醇	0.99997	0.00856

■ 结论

本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪建立了 1,4- 丁炔二醇精馏工艺样品的组成及含量的测定方法，使用极性毛细管色谱柱实现了各组分的分离，并用内标法定量。方法稳定可靠，简便易操作，分析时间快速，可广泛应用于 1,4- 丁炔二醇生产企业的精馏工艺中间过程质量控制和产品检测。

岛津应用云

