

文章编号: 1005-8893 (2000) 04-0032-03

气相色谱法分析二乙二醇甲醚^{*}

郭登峰, 金凤明

(江苏石油化工学院 化学工程系, 江苏 常州 213016)

摘要: 以 GDX-103 色谱填充柱分离, 二乙二醇乙醚为内标物, 气相色谱法测定二乙二醇甲醚含量, 该法快速、准确、重现性好。回收率在 97.6%~99.4%, 相对标准偏差为 0.17%。

关键词: 二乙二醇甲醚; 气相色谱法; 分解

中图分类号: O 658/R 29

文献标识码: A

二乙二醇甲醚是生产高档汽车制动液的主要原料。1998 年 9 月, 国家技术监督局颁布的 GB10830-1998《机动车制动液使用技术条件》^[1]中, 规定 JG0、JG1、JG2 系列低档制动液由于低温流动性差, 高温气阻大, 质量不稳定等缺点, 严重影响机动车的行驶安全而禁止生产, 机动车制动液产品应向 JG3、JG4、JG5 等高档类型转移。制动液产品的升级换代, 对二乙二醇甲醚产品的质量和产量提出了更高的要求。目前, 国内二乙二醇甲醚生产厂家, 大都仍停留在传统的通过控制-40℃低温粘度和平衡回流沸点这两项指标来控制二乙二醇甲醚的质量, 影响因素多, 不确定性大, 难以全面、准确地反映产品质量。用气相色谱法测定二乙二醇甲醚的含量, 国内尚未见报道。本文研究了用二乙二醇乙醚为内标物, GDX-103 填充柱测定二乙二醇甲醚含量的气相色谱方法, 该法操作简单、快速、准确, 实验结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

惠普 1490 气相色谱仪 (上海惠普分析仪器厂); TCD 检测器; Wd1-95 色谱工作站 (大连化物所); $\phi 3\text{ mm} \times 2\text{ m}$ 不锈钢填充柱; GDX-103

固定相 (上海分析试剂三厂), (60~80) 目; 二乙二醇甲醚标样 ($>99.5\%$, 日本进口); 二乙二醇乙醚标样 ($>99.5\%$, 日本进口); 二乙二醇甲醚样品 (无锡万达化工有限公司提供)。

1.2 色谱操作条件

汽化温度 280℃; 柱温 210℃; 检测室温度 210℃; 桥流 180 mA; 载气 H_2 , 流速 25 mL/min; 输出衰减: 2^7 ; 进样量: 1 μL 。

1.3 样品的配制

1.3.1 标准溶液的配制

准确称取二乙二醇甲醚和二乙二醇乙醚标样各 1 g 于称量瓶中, 充分摇匀。

1.3.2 样品溶液的配制

分别准确称取二乙二醇甲醚样品 1 g、二乙二醇乙醚内标物 (内标物的质量应接近样品中二乙二醇甲醚的质量), 置于同一称量瓶中, 充分摇匀。

1.4 测定

按 1.2 设定仪器各项参数, 待基线稳定后, 将标准溶液和样品溶液交替进样, 色谱图如图 1 和图 2 所示。通过标准溶液色谱图计算出二乙二醇甲醚相对于内标物二乙二醇乙醚的相对质量校正因子

* 收稿日期: 2000-09-04

作者简介: 郭登峰 (1964-), 男, 江苏南通人, 工程师, 主要从事化学分析方面的教学和研究。

f_i 。

$$f_i = \frac{m_i A_s}{m_s A_i}$$

式中： m_i ——二乙二醇甲醚标样质量，g
 m_s ——二乙二醇乙醚标样质量，g
 A_i ——二乙二醇甲醚面积
 A_s ——二乙二醇乙醚面积

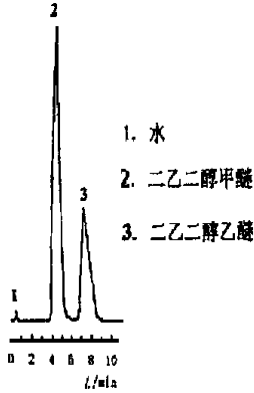


图1 标准溶液谱图

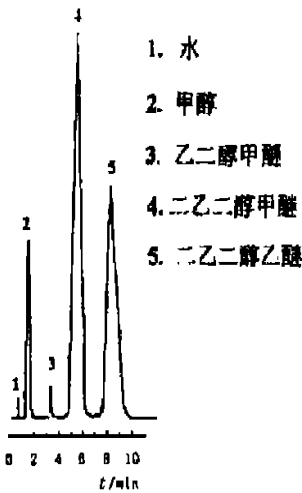


图2 样品+内标物谱图

根据“样品+内标物”色谱图，按下式^[2]计算样品中二乙二醇甲醚含量。

$$W_i\% = \frac{f_i m_s A_i}{A_s m_{样}}$$

式中： $m_{样}$ ——样品质量，g

2 结果和讨论

2.1 色谱固定相的选择

选用 SE-30、OV-17、PEG-20M 色谱填充柱与 GDX-103 填充柱作了对照分析，柱长均

为 2 m，柱径为 3 mm，担体为上海试剂厂 102 酸洗白色担体，涂渍比例为 10%。SE-30、OV-17 填充柱对样品中水、甲醇和乙二醇甲醚等组分不能有效分离，PEG-20M 填充柱峰形拖尾，并且保留时间比较长，而 GDX-103 填充柱对样品中各组分及内标物均能有效分离，并且峰形对称，出峰速度快。故选用 GDX-103 填充柱分析，取得令人满意的效果。

2.2 色谱操作条件的影响及内标物的选择

在色谱分析中，柱温和载气流速是影响色谱分离的重要因素。本文选用柱温为 210℃，载气为氢气，流速为 25 mL/min。如果柱温过低、载气流速减小，则峰形拖尾，保留时间延长，样品中高沸点组分如三乙二醇甲醚（沸点为 249℃）、四乙二醇甲醚（沸点为 274℃）等不能流出色谱柱。如果柱温过高、载气流速过大，则样品中低沸点的组分如水、甲醇等分离度变差，按本文色谱条件分析，样品中各组分（包括三乙二醇甲醚和四乙二醇甲醚）均能流出色谱柱，组分与内标物及组分与组分间分离较好，分离度 $R > 1.5$ 。色谱柱使用寿命较长。经生产单位实际应用 6 个月以上，发现柱效无明显变化。

在内标物的选择中，试验了乙酸乙酯、正丁醇、邻苯二甲酸二壬酯、二乙二醇乙醚四种化合物，从挥发性、分离度、色谱峰形等方面进行比较，二乙二醇乙醚较为理想。

2.3 分析方法和线性相关性测定

配制 5 个二乙二醇甲醚标样与内标物二乙二醇乙醚质量比不相同的标准溶液，内标物称样量均为 1.023 6 g，二乙二醇甲醚的称样量如表 1 所示，在与上述相同的色谱条件下进样分析，结果见表 1。

表 1 线性测定结果

m_i/g	m_s/g	m_i/m_s	A_i/A_s
0.768 1	1.023 6	0.750 4	0.773 5
0.921 4	1.023 6	0.900 2	0.919 0
1.157 2	1.023 6	1.131 0	1.161 0
1.321 6	1.023 6	1.291 0	1.328 0
1.472 4	1.023 6	1.438 0	1.464 0

以二乙二醇甲醚与二乙二醇乙醚面积比 (A_i/A_s) 为纵坐标，以其质量比为横坐标 (m_i/m_s)，作图得一直线（图 3），其线性回归方程为 $y = 1.012x + 0.013$ ，其线性相关系数为：0.996 9。

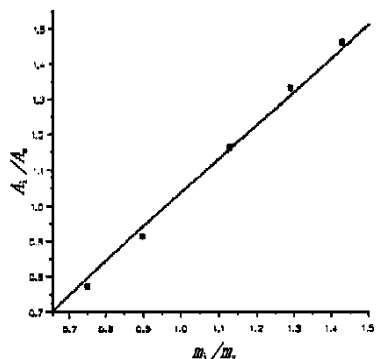


图3 线性关系图

2.4 分析方法的精密度测定

对同一样品平行测定 5 次, 二乙二醇甲醚的测定值为 96.21%、96.37%、96.62%、96.53%、96.41%, 平均值为 96.43%, 相对标准偏差为 0.17%。

2.5 回收率测定

采用标准加入法进行 4 次回收率测定, 结果列于表 2, 从表 2 可看出二乙二醇甲醚的回收率在 97.6%~99.4%。

表 2 二乙二醇甲醚回收率测定结果 ($n=4$)

加入量 / mg	测定量/ mg					平均测定 量/ mg	回收率 / %
129.2	127.3;	129.5;	128.0;	129.1		128.5	99.4
172.5	166.4;	173.2;	168.6;	165.4		168.4	97.6
201.4	194.3;	199.5;	202.0;	198.6		198.6	98.6
262.5	264.1;	259.5;	257.8;	262.7		261.0	99.4

3 小 结

二乙二醇甲醚一般采用环氧乙烷与甲醇合成工艺生产, 产品中除了二乙二醇甲醚外, 还有少量甲醇、乙二醇甲醚等杂质, 采用 GDX-103 填充柱分离, 内标法分析样品, 内标物二乙二醇乙醚与二乙二醇甲醚色谱峰接近, 与样品各组分离较好, 峰形对称, 分析速度快, 准确度高, 操作简单, 重现性好, 10 分钟即可完成分析过程, 是一种较为理想的二乙二醇甲醚的分析方法。

参考文献:

- [1] GB 10830-1998 机动车制动液使用技术条件 [S].
- [2] 李浩春. 分析化学手册 (第五分册) [M]. 北京: 化学工业出版社, 1999. 260-261.

Determination of Diethyleneglycol Monomethyl Ether by Gas Chromatography

GUO Deng-feng, JIN Feng-ming

(Department of Chemical Engineering, Jiangsu Institute of Petrochemical Technology, Changzhou 213016, China)

Abstract: The contents of diethyleneglycol monomethyl ether were determined with gas chromatography by using stainless steel column (2 m×3 mm i. d.) packed with GDX-103. The quantitative determination was performed with carbitol as the internal standard. The method was simple and rapid. The average recovery of diethyleneglycol monomethyl ether was (97.6~99.4)%. The result showed good linearity ($r=0.9969$) and relative standard deviation was 0.17%.

Key words: diethyleneglycol monomethyl ether; gas chromatography; analysis