

气相色谱法测定羟乙基乙二醇 中的乙二醇含量

段 钢, 孙伏恩

(广州天赐高新材料股份有限公司, 广东 广州 510760)

摘 要: 采用毛细管气相色谱内标法测定羟乙基乙二醇中的乙二醇含量. 结果表明, 乙二醇在 0.1~ 2.0 mg/mL 范围内的线性关系良好 ($r = 0.9997$), 检出限为 0.02 mg/mL, 方法的精密度 RSD 为 1.7% ($n = 6$), 加标回收率在 95% ~ 101%.

关键词: 羟乙基乙二醇; 乙二醇; 气相色谱法; 内标法

中图分类号: O657.33

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(2009)04-0238-03

羟乙基乙二醇 (化学结构式为 $H_2NCH_2CH_2NHCH_2CH_2OH$, 简称 AEEA) 是一种有机碱类化合物, 在表面活性剂的合成方面有广泛的应用. 它是由过量的乙二醇 ($H_2NCH_2CH_2NH_2$, 简称 EDA) 和环氧乙烷合成的, 其产品混合物中必须将 EDA 和 AEEA 彻底分离^[1], 而成品 AEEA 中 EDA 的含量是 AEEA 的重要指标, 对其下游产品质量影响很大. 有报道用气相色谱法测定了羟乙基乙二醇的含量^[2], 但测定 AEEA 中 EDA 残留量的方法尚未见报道. 本文以正戊醇为内标物, 建立了一种采用毛细管气相色谱内标法测定羟乙基乙二醇中乙二醇含量的方法, 结果表明此法可应用于对羟乙基乙二醇的质量控制.

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

岛津 GC-2014 气相色谱仪, 电子流量控制, 配 FID 检测器; BS124S 分析天平, 赛多利斯; 甲醇, 色谱纯; 正戊醇, 色谱纯; 乙二醇, 分析纯.

1.2 色谱条件

分离柱: SE-54 毛细管柱; 载气: 氮气; 程序升温: 初始温度 90 °C, 保持 3 min, 以 30 °C/min 升至 200 °C, 保持 3 min; 检测器温度: 280 °C; 进样器温度: 280 °C; 分流进样, 分流比: 10:1.

1.3 标准溶液及供试品溶液的配制

1.3.1 标准储备溶液的配制

精确称取 1.000 g (精确至 0.0001 g) 的乙二醇至 100 mL 的容量瓶中, 用甲醇定容到刻度, 摇匀备用.

1.3.2 内标溶液的配制

精确称取 1.000 g (精确至 0.0001 g) 的正戊醇至 100 mL 的容量瓶中, 用甲醇定容到刻度, 摇匀备用.

1.3.3 标准溶液的配制

分别移取 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 mL 的标准储备溶液至 50 mL 容量瓶中, 分别加入 2.00 mL 的内标溶液, 最后用甲醇定容到刻度, 摇匀待测.

1.3.4 样品的处理

精确称取 10.0 g (精确至 0.0001 g) 的羟乙基乙二醇样品至 50 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 的内标溶液, 用甲醇定容到刻度, 摇匀待测.

2 结果与讨论

2.1 内标物的选择

先后考察了乙胺、丙胺、丙二胺、正戊醇等. 发现乙胺、丙胺与溶剂甲醇分离不好, 丙二胺与乙二醇不易分离完全, 而正戊醇与甲醇和乙二醇都易于实现完全分离. 所以选定正戊醇为内标物.

2.2 色谱条件的确定

采用程序升温,初始温度分别使用 80、90、100、110 °C,保持 3 min 后,升高柱温至 200 °C,并保持 3 min 得到色谱图见图 1。可以看出,100 °C 和 110 °C

时乙二胺与溶剂不能完全分离;80 °C 时分离明显改善,但速度过慢;90 °C 时分离良好,速度合适。由于 AEEA 沸点较高(243 °C),在乙二胺和内标物正戊醇出峰之后,需要快速升高,才能使 AEEA 能够在较

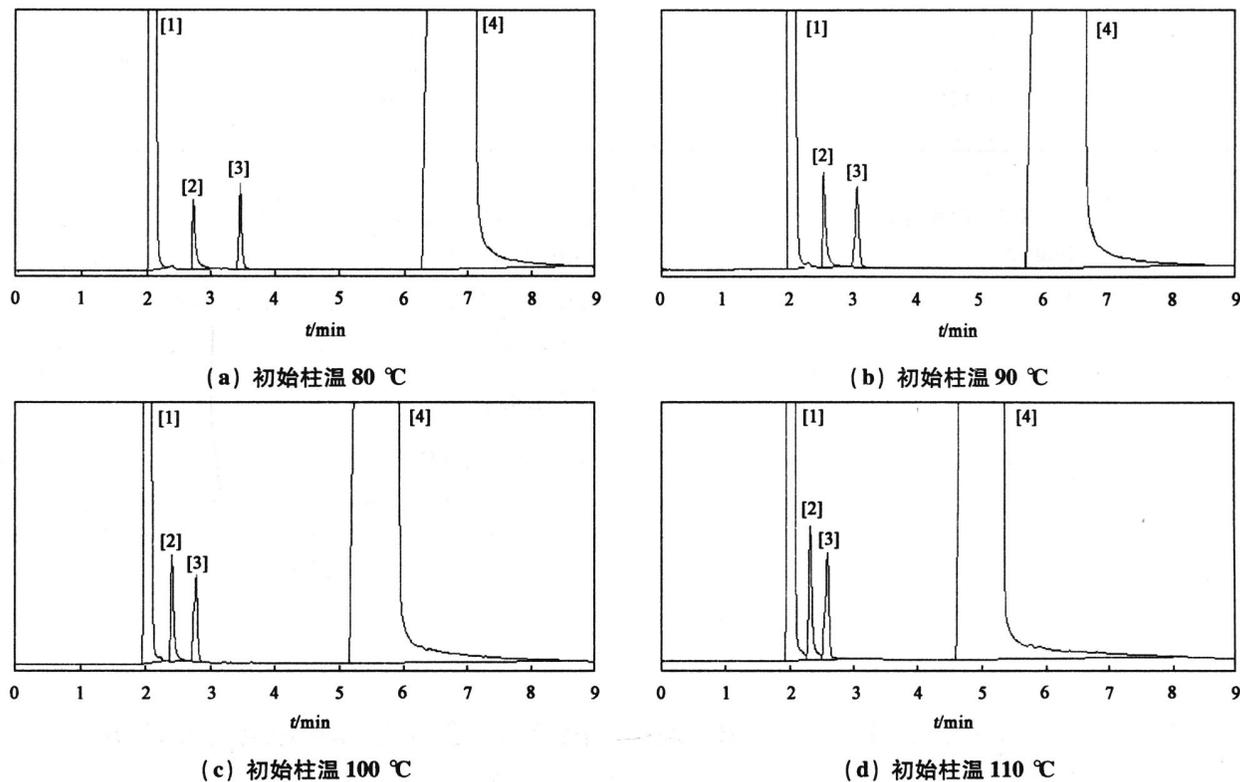


图 1 不同初始柱温的色谱图

Fig.1 Chromatograms using different initial column temperatures

[1]: 甲醇, [2]: 乙二胺, [3]: 正戊醇, [4]: AEEA.

短的时间内完全洗脱,使之不影响下一个样品分析。

2.3 方法的分析特征

2.3.1 线性范围及检出限

采用内标工作曲线法定量,由于样品和所有标准溶液中的内标物浓度相同,以乙二胺的峰面积与内标物峰面积的比值 A/A_0 为纵坐标,标准溶液浓度 C 为横坐标做内标标准工作曲线,得线性方程为 $A/A_0 = 1.476C + 0.006$ 在 0.1~2.0 mg/mL 范围内,相关系数为 0.9997。按照信噪比 $S/N = 3$ 时,方法的检出限为 0.02 mg/mL。适当减小分流比可以提高检测灵敏度。

2.3.2 精密度试验

取 0.4 mg/mL 的标样重复进样 6 次,测试结果列于表 1。6 次测定结果的相对标准偏差 RSD 为 1.7%。

表 1 同一批次试样 6 次测试结果

Table 1 Results of 6 determinations of one sample

测定值 / (mg/mL)						平均值 / RSD / (mg/mL) %	
0.40	0.39	0.41	0.40	0.39	0.40	0.40	1.7

2.4 加标回收率

对高低 2 组各 3 个已测样品,分别加入乙二胺标准储备溶液,平行测定,结果列于表 2。

以加标回收率 = (加标后测定值 - 本底值) / 加标量 × 100% 计算,加标回收率在 95% ~ 101% 之间。

2.5 实际产品测定

用此方法测试了 3 种不同厂家生产的羟乙基乙二胺样品,结果列于表 3。

表 2 加标回收率
Table 2 Recoveries of spiked samples

序号	本底值 / (mg/mL)	加标量 / (mg/mL)	加标后测定值 / (mg/mL)	回收率 / %
1	0.24	0.20	0.44	100
2	0.24	0.20	0.43	95
3	0.24	0.20	0.43	95
4	1.12	1.00	2.10	98
5	1.12	1.00	2.10	98
6	1.12	1.00	2.13	101

表 3 测试结果
Table 3 Testing results

样品编号	乙二胺含量 / (mg/g)
1	< 0.02
2	1.18
3	0.21
4	6.07

2.0 mg/mL 范围内有较好的线性关系, 相关系数为 0.9997, 检出限为 0.02 mg/mL, 浓度为 0.4 mg/mL 时相对标准偏差 RSD 为 1.7%, 加标回收率在 95% ~ 101% 之间, 适合对羟乙基乙二胺的质量控制。

参考文献:

- [1] 谢荣锦, 程英. 羟乙基乙二胺 - 乙二胺体系的汽液平衡 [J]. 化工学报, 2005, 52(7): 650-653.
- [2] 温颖平. 气相色谱法测定羟乙基乙二胺的含量 [J]. 日用化学工业, 1990, 4: 38-40.

3 结语

气相色谱法测定乙二胺, 溶液浓度在 0.1 ~

Determination of Ethylenediamine in 2-(2-Aminoethylamino) Ethanol by Gas Chromatography

DUAN Gang SUN Fu-en

(Guangzhou Tinci High-Tech Materials Co, Guangzhou 510760, China)

Abstract Ethylenediamine in 2-(2-Aminoethylamino) ethanol was determined by capillary gas chromatography with internal standard method. The results showed that calibration curves presented good linear relationship in the range of 0.1 ~ 2.0 mg/mL with a correlation coefficient of 0.9997. The detection limit of the method was 0.02 mg/mL. The relative standard deviation (RSD) of the method was 1.7% ($n=6$). The recovery achieved 95% ~ 101%.

Key words 2-(2-Aminoethylamino) ethanol; ethylenediamine; gas chromatography; internal standard

Classifying number: O657.33