

气相色谱法测定环氧乙烷中的微量杂质

曹 阳

(盐城市产品质量监督检验所,盐城,224001)

摘 要 对气相色谱法测定环氧乙烷中的微量杂质进行研究,发现用球状多孔聚合物 GDX-104 或 Porapak p 为固定相,采用内标法定量分析环氧乙烷中的微量杂质是非常有效的。

关键词 气相色谱法 球状多孔聚合物 环氧乙烷 杂质

分类号 O62

前 言

环氧乙烷化学性质非常活泼,能与许多化合物起加成反应,生成一系列重要化工产品。用于制取乙二醇、抗冻剂、乳化剂、塑料及仓库熏蒸剂。工业上用氯醇法和乙烯直接氧化法生产的环氧乙烷都不同程度地含有乙醛、乙烯、二氧化碳、乙醇、乙醚和水等杂质,影响加成反应产品的质量。如何测定这些杂质的成分、含量?采用传统的化学法不但繁琐,而且也不能准确地对含有的杂质进行定性定量。笔者采用气相色谱法对环氧乙烷中微量杂质进行分析,完全可以满足生产要求。

1 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 GC-9A 气相色谱仪(热导池检测器),用 H_2 作载气时,对苯的灵敏度应优于 $2000 \text{ mv} \cdot \text{ml}/\text{mg}$ Shimadzu Chromatopac C-R3A 数据处理机;载气 $H_2 > 98\%$,经硅胶,5A 分子筛净化,再经 $\text{CuSO}_4 \cdot 5H_2O$ 湿润。

1.2 分析条件

色谱柱:GDX-104(80~100目),5m~3mm 玻璃柱或 Porapak (80 100 目);检测器:热导池(TCD)载气体 H_2 ;桥流 200mA;汽化室温度:110℃;柱温:90℃~95℃;柱前压:0.2MPa;纸速:前 1min 为 16mm/min,以后为 8mm/min;进样:1 μ l,微量注射器手进。

1.3 相对定量校正因子的测定

(1)内标法定量,用甲醇为内标物。

(2)待测组分已知组成混合样品的配制。

表 1 各组分峰高和峰面积
积相对重量校正因子

组 分	峰高	峰面积
二氧化碳	0.51	1.62
乙 烯	0.24	0.97
水	0.62	0.72
甲 醇	1.00	1.00
乙 醛	1.17	1.12
环氧乙烷	1.26	1.22
乙 醇	2.58	1.20
环氧丙烷	3.80	1.26
乙 醚	5.15	1.22

取特制的 10ml 容量瓶(瓶口具螺帽内垫硅橡胶片)配制后摇匀,置于盛冰水的保温瓶中保存。将放在具塞玻璃管中的微量注射器亦置于上述保温瓶中,要严防与水接触,以免影响水分测定。

(3) 按上述条件测定的各组分峰高和峰面积相对重量校正因子见表 1。

1.4 定量分析方法

按照前述条件进行样品分析,由 Shimadzu Chromalopac C-R3A 数据处理机按校正因子内标法定量并直接打印出谱图(见图 1)和分析结果。

2 结果与讨论

2.1 定量分析的重复性

环氧乙烷中各组分含量的五次测定结果见表 2。

表 2 环氧乙烷中各组分含量的五次测定结果

组分(%)	重复测定次数					平均值	最大偏差	最大相对偏差
	1	2	3	4	5			
二氧化碳	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00
乙 烯	1.02	1.07	1.03	1.02	1.03	1.03	0.04	0.04
水 分	0.20	0.24	0.22	0.24	0.21	0.22	0.02	0.09
乙 醛	0.42	0.45	0.50	0.47	0.42	0.45	0.05	0.11
环氧乙烷	95.65	95.30	95.20	95.12	95.35	95.32	0.33	0.003
乙 醇	0.20	0.23	0.24	0.22	0.27	0.23	0.04	0.17
环氧丙烷	2.20	2.40	2.40	2.50	2.30	2.40	0.20	0.08
乙 醚	0.30	0.30	0.40	0.42	0.41	0.37	0.07	0.19

2.2 用高分子聚合物(GDX 或 Porapak P)作固定相,热导池(TCD)作检测器,在同一根色谱柱中可以使环氧乙烷中各组分得到很好的分离。而且具有保留时间短,定量重复性好,快速、简便、灵敏度高等优点。

2.3 色谱柱寿命长,虽使用一年以上,分离效率仍无明显变化。

参考文献

- Hollis OL. J. Gas Chromatog, 1996, (3): 235~239
- 中国科学院大连物理化学研究所. 分析化学. 1974, (2): 107~110
- 中国科学院化学研究所等. 分析化学. 1975, (3): 109~113

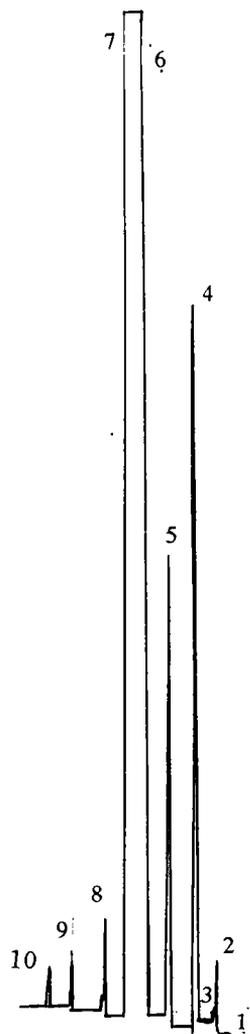


图 1 环氧乙烷中的杂质色谱图
1. 空气; 2. 二氧化碳; 3. 乙烯; 4. 水;
5. 甲醛; 6. 乙醛; 7. 环氧乙烷; 8. 乙醇;
9. 环氧丙烷; 10. 乙醚