

文章编号 :1009-038X(2001)01-0081-03

# 大口径毛细管气相色谱法测定 汽车漆中乙二醇乙醚乙酸酯的含量

郭登峰<sup>1</sup>, 于 滨<sup>2</sup>, 高玉红<sup>2</sup>

(1. 江苏石油化工学院化工系, 江苏常州 213016; 2. 化工部涂料研究所, 江苏常州 213016)

**摘 要:**建立了汽车漆中乙二醇乙醚乙酸酯含量的分析方法。汽车漆样品经正己烷萃取后,以乙二醇乙醚为内标物,采用大口径毛细管气相色谱法分析,方法快速、准确、重现性好。回收率在 98.5%~101.4%,相对标准偏差 CV 为 0.65%( $n=5$ )。

**关键词:**气相色谱分析;大口径毛细管柱;乙二醇乙醚乙酸酯;汽车漆

中图分类号:O 657.71

文献标识码:A

## Determination of Ethylene Glycol Monoethyl Ether Acetate in Automotive Coatings by Wide-Bore Capillary Gas Chromatographic Column

GUO Deng-feng<sup>1</sup>, YU Bin<sup>2</sup>, GAO Yu-hong<sup>2</sup>

(1. Department of Chemical Engineering, Jiangsu Institute of Petrochemical Technology, Changzhou 213016, China; 2. Paint and Coatings Research Institute of the Ministry of Chemical Industry, Changzhou 213016, China)

**Abstract:** A rapid and high performance method for determination of ethylene glycol monoethyl ether acetate (EEAC) in automotive coatings has been developed. The samples of automotive coatings were extracted with hexane. Ethylene glycol was used as the internal standard. Chromatographic analysis was performed on PEG-20M wide-bore capillary column with FID detector. The method is simple, rapid and accurate. The result showed good linearity ( $r=0.9995$ ) and coefficient of variation was 0.65%.

**Key words:** chromatographic analysis; wide-bore capillary column; EEAC; automotive coatings

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

9790 型气相色谱仪(浙江福立分析仪器有限公司),FID 检测器,WdL-95 气相色谱工作站(大连化物所)。色谱柱:PEG-20 M( $D=0.53\text{ mm}\times 15\text{ m}$ ,液膜厚度为  $2.65\text{ }\mu\text{m}$ )。正己烷为分析纯;乙二醇乙醚标样(纯度大于 99.5%,日本进口);乙二醇乙醚乙酸

酯标样(纯度大于 99.5%,日本进口);汽车漆样品(常州新天地涂料技术开发有限公司提供)。

### 1.2 色谱条件

进样量器温度  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;柱温  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;检测器温度  $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;载气  $\text{N}_2$ ;柱流量  $6\text{ mL/min}$ ;尾吹  $33\text{ mL/min}$ ;进样方式:不分流进样;进样量  $1\text{ }\mu\text{L}$ 。

### 1.3 样品处理

称取汽车漆样品  $250\sim 300\text{ mg}$ (精确到  $0.1\text{ mg}$ )

收稿日期 2000-11-01;修订日期 2000-12-18。

作者简介:郭登峰(1964-),男,江苏南通人,工学学士,工程师。

万方数据

及内标物乙二醇乙醚标样 30 mg(精确到 0.1 mg),加入 3 mL 正己烷萃取剂,震荡萃取 20 min. 静置分层,取上层清液供气相色谱分析用.

1.4 标准溶液的配制

称取乙二醇乙醚标样和乙二醇乙醚乙酸酯标样各 500 mg(精确到 0.1 mg)于称量瓶中,摇匀备用.

1.5 测定

按 1.2 中色谱条件设定仪器各项参数,待仪器稳定后,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乙二醇乙醚乙酸酯相对于内标物乙二醇乙醚的相对质量校正因子  $f_i$ .

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

式中

$f_i$ :乙二醇乙醚乙酸酯相对于乙二醇乙醚的相对分子质量校正因子; $m_i$ :乙二醇乙醚乙酸酯标样质量, g; $m_s$ :乙二醇乙醚标样质量, g; $A_i$ :乙二醇乙醚乙酸酯峰面积; $A_s$ :乙二醇乙醚峰面积.



图 1 标准溶液谱图

Fig.1 Chromatogram of standard sample

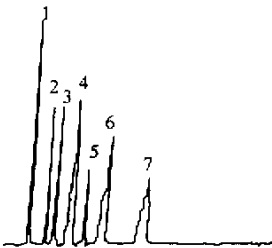


图 2 样品 + 内标物谱图

Fig.2 Chromatogram of sample with internal standard

根据图 2,按下式计算乙二醇乙醚乙酸酯质量分数<sup>[2]</sup>:

$$\omega = \frac{f_i m_s A_i}{A_s m_{\text{样}}} \times 100\%$$

式中

$f_i$ :乙二醇乙醚乙酸酯相对于乙二醇乙醚的相对分子质量校正因子; $m_i$ :内标物乙二醇乙醚质量, g; $m_{\text{样}}$ :样品质量, g; $A_i$ :乙二醇乙醚乙酸酯峰面

积; $A_s$ :乙二醇乙醚峰面积.

2 结果和讨论

2.1 萃取剂的选择

汽车漆的组分较复杂,有各种溶剂,如甲基异丁酮、乙酸丁酯、二甲苯、乙二醇乙醚乙酸酯及树脂、颜料等. 测定汽车漆中乙二醇乙醚乙酸酯含量,首先必须将乙二醇乙醚乙酸酯与树脂、颜料进行分离. 分离的效果直接影响到测试数据的准确性. 作者选用正己烷、甲醇、丙酮等多种化学试剂作萃取剂进行对照试验,发现正己烷分离系数大,不发生乳化现象,且对汽车漆组分无干扰,测试数据重现性好,是较为理想的萃取剂.

2.2 色谱柱的选择

选用 SE-30、OV-17、DEGS 等不同极性色谱填充柱与 PEG-20M 大口径毛细管作对照分析. 填充柱柱长均为 2 m,柱径为 2 mm,担体为上试 102 酸洗白色担体,涂渍比例为 10%. 结果表明,上述填充柱对样品中各组分均不能有效分离,峰形拖尾,并且保留时间比较长. 而 PEG-20M 大口径毛细管柱对样品中各组分及内标物均能有效分离,分离度  $R > 1.5$ ,并且峰形对称,灵敏度高,保留时间短,4 min 即可完成样品分析.

2.3 分析方法和线性相关性测定

配制 5 组乙二醇乙醚乙酸酯标样与内标物乙二醇乙醚质量比不相同的标准溶液,内标物称样量均为 0.0363 g,乙二醇乙醚乙酸酯的称样量如表 1 所示,在 1.2 色谱条件下进样分析,结果见表 1.

表 1 线性测定结果

Tab.1 The results of linearity

标样质量 $m_i/g$	内标物质量 $m_s/g$	$m_i/m_s$	$A_i/A_s$
0.0275	0.0363	0.7576	0.7398
0.0344	0.0363	0.9477	0.9328
0.0430	0.0363	1.1850	1.1500
0.0485	0.0363	1.3360	1.3090
0.0512	0.0363	1.4100	1.3620

将乙二醇乙醚乙酸酯与乙二醇乙醚峰面积比( $A_i/A_s$ )与质量比( $m_i/m_s$ )进行线性回归(图 3),其线性回归方程为  $Y = 0.9578 X + 0.0196$ ,其线性相关系数为 0.9995.

2.4 回收率测定

采用标准加入法进行回收率测定,从表 2 可看出乙二醇乙醚乙酸酯的回收率在 98.5% ~ 101.4%.

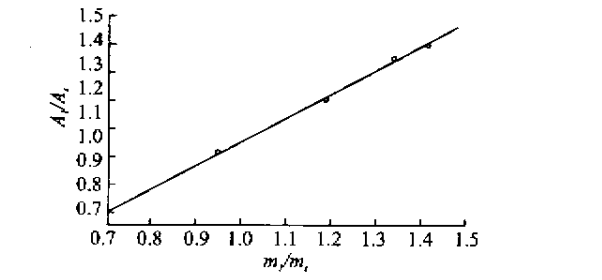


图 3 线性关系图

Fig.3 The correlation of  $A_i/A_s$  vs  $m_i/m_s$

表 2 乙二醇乙醚乙酸酯回收率测定结果(  $n = 5$  )

Tab.2 Determination of recoverises(  $n = 5$  )

测定序号	加入质量/mg	检出质量/mg	回收率%
1	15.5	15.72	101.4
2	38.4	37.98	98.9
3	51.2	50.43	98.5
4	82.6	81.94	99.2
5	112.4	113.1	100.6

### 2.5 分析方法的精密度测定

对乙二醇乙醚乙酸酯样品平行测定 5 次 样品

中乙二醇乙醚乙酸酯的质量分数为 11.53% ,相对标准偏差为 0.65%( 见表 3 ).

表 3 分析方法精密度测定结果(  $n = 5$  )

Tab.3 Results of precision degree tes(  $n = 5$  )

序号	质量分数/%	平均值/%	CV/%
1	11.61	11.53	0.65
2	11.42		
3	11.54		
4	11.58		
5	11.49		

## 3 结 语

1)大口径毛细管柱( 0.53 mm )兼有细口径毛细管柱( 0.2 mm 和 0.32 mm )高分离效能和填 柱柱容量大的特点 ,分离效能远优于填充柱 . 由于采用不分流进样 ,避免了“ 失真 [ 3 ] 现象 ,测试准确度较高 .

2)建立了大口径毛细管气相色谱法测定汽车漆中乙二醇乙醚乙酸酯的分析方法 ,该方法快速、准确 ,重现性好 ,为汽车漆质量控制提供了一个有效的手段 .

## 参考文献：

[ 1 ] MELLAN I , IBERT. Handbook of solvents[ M ]. New York : Reinhold Publishing Corp ,1997.

[ 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.

[ 3 ] MILTON L. Open tubular gas chromatography[ J ]. **Theory and Practice** ,1984( 1 ) :203 ~ 204.