



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14571.2—93

---

## 工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇 含量的测定 气相色谱法

Monoethylene glycol for industrial use—  
Determination of diethylene glycol and triethylene  
glycol—Gas chromatographic method

1993-07-21 发布

1994-07-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇 含量的测定 气相色谱法

GB/T 14571.2—93

Monoethylene glycol for industrial use—  
Determination of diethylene glycol and triethylene  
glycol — Gas chromatographic method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定的气相色谱法。

本方法适用于工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定,其最小检测浓度分别为 0.01% 和 0.02%。

### 2 引用标准

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

### 3 方法原理

试样通过微量注射器注入,并被载气带入色谱柱,使各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测。采用外标法计算二乙二醇和三乙二醇的含量。必要时也可用内标法定量(见附录 A)。

### 4 材料及试剂

4.1 载气:高纯氮气或氦气,纯度大于 99.999%。

4.2 辅助气:

4.2.1 氢气,纯度大于 99.99%。

4.2.2 空气,经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.3 固定液:聚乙二醇-20M。

4.4 载体:Chromosorb W AW—DMCS,粒径为 0.149~0.177 mm(80~100 目)或其他性能类似的载体。

4.5 乙二醇:商品乙二醇减压蒸馏提纯,收集中间 30% 的馏分备用。该馏分按本标准规定条件进行分析,应检不出二乙二醇和三乙二醇。

4.6 二乙二醇和三乙二醇,纯度应大于 99%(必要时可按 4.5 条所述进行提纯)。

### 5 仪器

为配有分流装置及氢火焰离子化检测器的气相色谱仪,该色谱仪对本标准规定最小检测浓度的二乙二醇和三乙二醇所产生的峰高应至少大于仪器噪声的两倍。

5.1 汽化室:应配置石英或玻璃内衬管。

5.2 色谱柱:推荐的色谱柱及其典型操作条件见表1。能达到同等分离效能的其他色谱柱也可使用。

5.3 记录装置:记录仪、积分仪或色谱数据处理机。

5.4 微量注射器 1 或 10  $\mu\text{L}$ 。

## 6 取样

按 GB 6680—86 的规定进行。

## 7 操作步骤

### 7.1 仪器调整

色谱仪启动后进行必要的调节,以达到表1所示的典型操作条件或能获得同等分离的其他适宜条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后,即可进行试样的测定。

表1 推荐的色谱柱及典型操作条件

| 柱型                        | 填充柱                   | 毛细管柱 |
|---------------------------|-----------------------|------|
| 柱管材质                      | 玻璃, 不锈钢或铜             | 熔融石英 |
| 固定液                       | 聚乙二醇-20M              |      |
| 固定液含量, %                  | 10                    | —    |
| 液膜厚度, $\mu\text{m}$       | —                     | 0.25 |
| 载体                        | Chromosorb W AW—DMCS  |      |
| 粒 径, mm                   | 0.149~0.177(80~100目)  |      |
| 柱 长, m                    | 1.2                   | 30   |
| 内 径, mm                   | 2                     | 0.32 |
| 柱 温, $^{\circ}\text{C}$   | 170                   | 180  |
| 汽化室温度, $^{\circ}\text{C}$ | 290                   |      |
| 检测器温度, $^{\circ}\text{C}$ | 260                   |      |
| 载气流速, mL/min              | 30 ( $\text{N}_2$ )   | —    |
| 载气线速, cm/s                | 18.0 ( $\text{N}_2$ ) |      |
| 分流比                       | 130 : 1               |      |
| 进样量, $\mu\text{L}$        | 1                     |      |

### 7.2 校准

#### 7.2.1 外标配制

取约 15 mL 乙二醇(4.5)置于洁净、干燥并称量过的 25 mL 容量瓶中,准确称量(精确至 0.0002),以差减法求得乙二醇质量,然后相继加入适量的二乙二醇和三乙二醇标样(4.6),并分别称量,摇匀备用。所配制的二乙二醇和三乙二醇的浓度应与待测试样相近。按式(1)计算出标样中二乙二醇和三乙二醇的浓度。