

解决方案 | 气相色谱法测定乙酸酐纯度

乙酸酐（醋酐），无色易挥发液体，沸点为 138.4℃，是一种重要的有机化工原料，主要用于生产醋酸纤维素，其中二醋酸纤维素用于制造香烟过滤嘴和塑料，三醋酸纤维素是制造高级感光胶片的材料，还广泛用于医药、染料、农药、军工、香料、金属抛光等行业。其产品质量遵照 GB/T10668-2000 标准执行。

乙酸酐含量控制是产品质量的主要指标，其分析方法一般有化学法和气相色谱法，而化学分析方法存在操作时间长、试剂用量大、毒害性强，环境污染严重等问题。因此该分析方法再实际应用中很难执行；气相色谱法因其具有快速、简便、准确等优点，成为主流分析方法。本文参考 GB/T10668-2000 《工业乙酸酐》，建立了气相色谱法分析乙酸酐含量的方法，获得了令人满意的效果。

实验部分

实验原理

乙酸酐样品中的各组分在色谱柱上进行分离，热导检测器上检测，归一法定量。

仪器设备

GC-4100 气相色谱仪（配 TCD 检测器）

实验条件

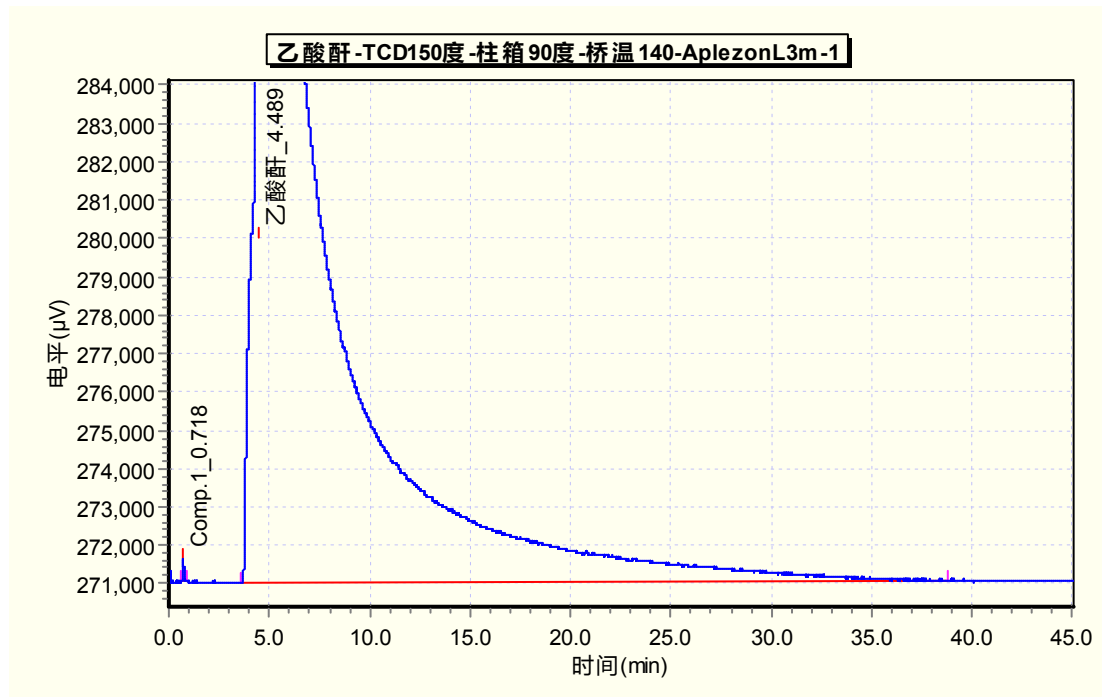
利用 TCD 检测器（参考 GB/T10668-2000）

柱箱温度℃	90	检测器名称	热导
进样口温度℃	150	检测器温度℃	150
色谱柱名称	10%Aplezon L	桥温℃	140
色谱柱规格	3m*4mm (OD)	载气	氢气
进样量	1 μL	柱前压	0.15MPa

实验结果

按照实验操作条件，调整仪器达到正常工作状态，取 1 μ L 样品注入气相色谱仪，归一法计算乙酸酐含量。同时样品做平行样测定，结果如下：

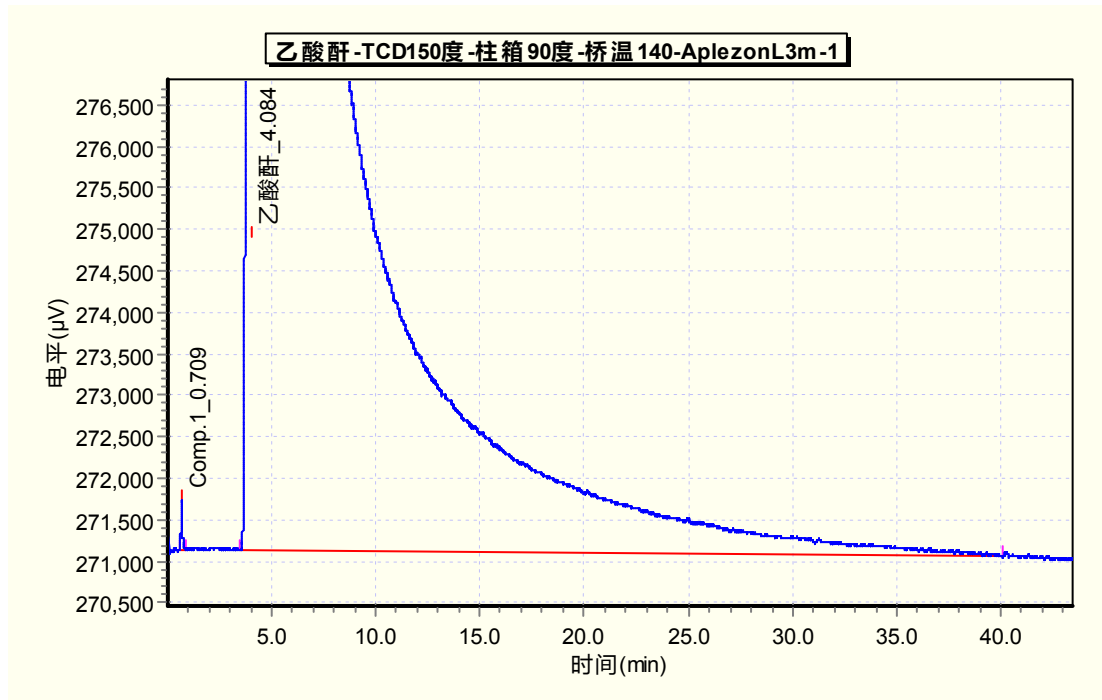
乙酸酐谱图-1：



分析结果：(归一法)

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	Comp.1	0.718	586	2596	0.04%
2	乙酸酐	4.489	37222	6848731	99.96%

乙酸酐谱图-2：



分析结果：(归一法)

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	Comp.1	0.709	595	2758	0.04%
2	乙酸酐	4.084	49986	7831815	99.96%

实验总结

本文参考 GB/T10668-2000《工业乙酸酐》建立利用气相色谱热导检测器检测乙酸酐纯度的方法，同时做平行样测试。通过实验结果可以发现，气相色谱 TCD 法测试结果准确，得到客户的认可，可满足标准的要求。同时弥补了传统化学检测方法的不足之处，可适用于乙酸酐过程控制分析的质量检验和进厂质量监督。