



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3344—2012

粗甘油中游离甘油的测定 气相色谱法

Determination of free glycerin in crude glycerin—
Gas chromatography

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：丁华、李锡东、周秋红、封君兴。

粗甘油中游离甘油的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了粗甘油中游离甘油含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于质量分数低于 95% 的生物制柴油副产物粗甘油、工业级皂化甘油和合成甘油。

2 方法提要

试样经加入乙酸酐后加热,衍生化反应后生成甘油三乙酸酯,用气相色谱仪测定,内标法定量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

3.1 甘油标样($C_3H_8O_3$):含量大于 99%。

3.2 乙酸酐($C_4H_6O_3$):含量大于 95%。

3.3 内标物:苯甲酸乙酯($C_9H_{10}O_2$),含量大于 99%。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 微量进样器:10 μ L。

4.3 移液管:1 mL、25 mL。

4.4 滴瓶:25 mL。

4.5 具塞锥形瓶:125 mL。

4.6 分析天平:感量 0.1 mg。

5 试样

粗甘油样品经充分混匀,放置于滴瓶中,备用。

6 分析步骤

6.1 样品的制备

用差量法称取 0.4 g~0.5 g 上述粗甘油试样于具塞锥形瓶中,精确至 0.2 mg。

6.2 衍生化

在盛有甘油试样的具塞锥形瓶中加入 25 mL 乙酸酐(3.2),放置于 120 $^{\circ}$ C 烘箱反应 2 h。取出冷至

室温。

6.3 色谱条件

参见附录 A。

6.4 标准溶液的制备

用差量法称取 0.1 g、0.2 g、0.3 g、0.4 g、0.5 g 甘油标样(3.1)于具塞锥形瓶中,精确至 0.2 mg,随同样品按 6.2 衍生化。

6.5 测定

取衍生化后的样液(6.2)和标准溶液(6.4),准确移取 1 mL 苯甲酸乙酯(3.3)于锥形瓶中,摇匀后,取上层清液,按 6.3 的条件进行操作。甘油衍生物的气相色谱图参见附录 B。

6.6 空白试验

按上述测定步骤对乙酸酐进行空白试验。

7 结果计算和表示

7.1 标准曲线的绘制

按 6.3 所列的条件,将标准工作溶液依次进行色谱分析,得到不同浓度下甘油三乙酸酯和苯甲酸乙酯的色谱峰面积。

以甘油三乙酸酯/苯甲酸乙酯的峰面积比为纵坐标(Y 轴),以丙三醇/苯甲酸乙酯的质量比为横坐标(X 轴),对各个数值点进行最小二乘法线性拟合,得到一元线性回归方程[见式(1)]:

$$y = ax + b \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- y —— 甘油三乙酸酯/苯甲酸乙酯的峰面积比;
- a —— 回归方程 1 的斜率;
- x —— 丙三醇/苯甲酸乙酯的质量比;
- b —— 回归方程 1 的截距。

以甘油三乙酸酯/苯甲酸乙酯的峰面积比为纵坐标(Y 轴),以丙三醇质量为横坐标(X 轴),对各个数值点进行最小二乘法线性拟合,得到一元线性回归方程 2。简化公式为式(2):

$$y = a'm + b \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- y —— 与方程 1 中的 y 相同;
- a' —— 回归方程 2 的斜率;
- m —— 甘油标样中丙三醇的质量, $m = m_i \times N$
- m_i —— 甘油标样的称样量,单位(g);
- N —— 甘油标样丙三醇的质量分数,%;
- b —— 与方程 1 中的 b 相同。

7.2 样品中游离甘油含量的计算

按式(3)计算试样中游离甘油的含量,以质量分数计。

$$X_i = \frac{A_i - A_0 - b \times A_{istd}}{A_{istd} \times a' \times m_1} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- X_i ——试样中丙三醇的含量(质量分数)，%；
- A_i ——样液中甘油三乙酸酯的峰面积；
- A_0 ——空白样品中甘油三乙酸酯的峰面积；
- b ——回归方程 1 的截距；
- A_{istd} ——样液中苯甲酸乙酯的峰面积；
- a' ——回归方程 2 的斜率；
- m_1 ——甘油试样的称样量，单位(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为最终结果，计算结果保留四位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下，获得的两次独立测定结果之差的相对值不超过 0.5%。

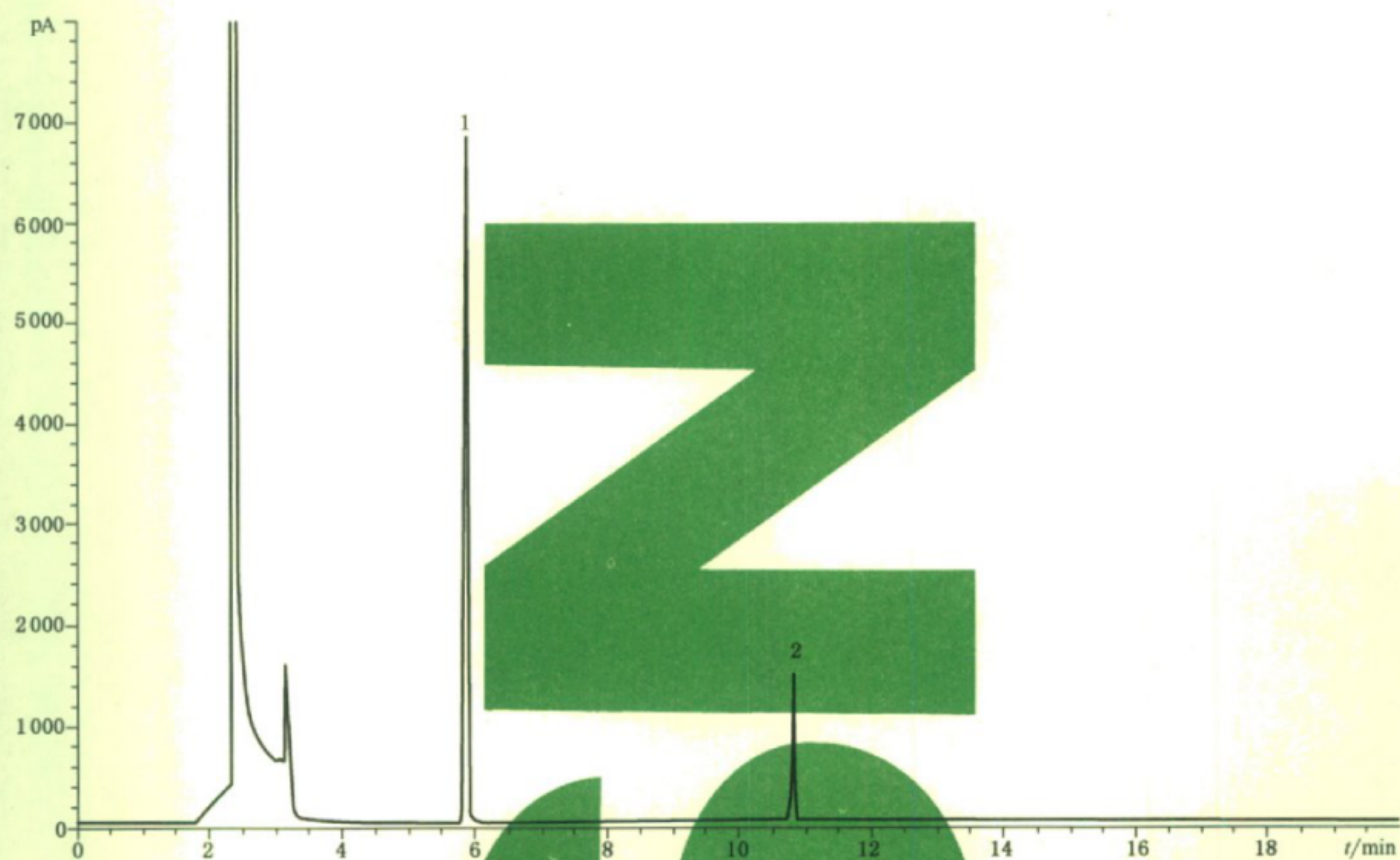
附录 A
(资料性附录)
色谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,表 A.1 给出的参数已被证明是可行的。

表 A.1 色谱条件

项 目	条 件
气相色谱仪	HP 6890 N
色谱柱	固定相为硝基对苯二酸改性的聚乙二醇毛细管柱: 30 m × 0.32 mm(内径) × 0.5 μm 或同类型柱
柱流速/(mL/min)	1.5
分流比	20 : 1
进样口温度/℃	250
检测器温度/℃	250
柱温/℃	150 ℃, 保持时间 5 min; 升温速率 R=10 ℃/min, 至 200 ℃, 保持时间 10 min
检测器类型	FID
进样量	1 μL
载气	氮气或氦气, 纯度 ≥ 99.999%

附录 B
(资料性附录)
典型色谱图



说明:

1——苯甲酸乙酯保留时间为 5.8 min;

2——甘油三乙酸酯保留时间为 10.8 min.

图 B.1 安捷伦 DB FFAP 1233-3233 柱色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
粗甘油中游离甘油的测定
气相色谱法

SN/T 3344—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25342 定价 16.00 元



SN/T 3344-2012