



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3804—2014

进出口三甘醇中三甘醇、二甘醇和水分 含量的测定

Determination of the tri-ethylene glycol, di-ethylene glycol and water
in the tri-ethylene glycol for import and export

2014-01-13 发布

2014-08-01 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：中华人民共和国重庆出入境检验检疫局、中国石油阿姆河（土库曼斯坦）天然气公司、中国石油天然气总公司西南气矿分公司。

本标准主要起草人：刘毅、范喈、李珍义、朱美文、王晶、郑国灿、彭光宇。

进出口三甘醇中三甘醇、二甘醇和水分含量的测定

1 范围

本标准规定了三甘醇中三甘醇、二甘醇和水分含量的测定方法。

本标准适用于纯度不低于 99.0% 的进出口三甘醇(用于天然气脱水)中三甘醇、二甘醇和水分含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 4 部分:确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

三甘醇试样和已知含量的由三甘醇、二甘醇和水组成的标准工作液,在相同的操作条件下,用毛细管气相色谱法进行分离。采用保留时间进行定性。以标准工作液中的三甘醇为标准物,测定标准工作液中各物质的相对质量校正因子,再计算得到试样中相应组分的含量。计算时采用峰面积定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯。水为符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

4.1 三甘醇:有证标准物质(纯度不低于 99.00%),CAS 号 112-27-6。

4.2 二甘醇:纯度不低于 99.0%,CAS 号 111-46-6。

4.3 甘醇:纯度不低于 99.0%,CAS 号 107-21-1。

4.4 四甘醇:纯度不低于 99.0%,CAS 号 112-60-7。

4.5 氢气或氦气:纯度不低于 99.99%。

4.6 标准工作液:分别称取一定量的三甘醇(4.1)、二甘醇(4.2)、超纯水、甘醇(4.3)和四甘醇(4.4)(精确至 0.1 mg),在 10 mL 容量瓶(5.5)中配成标准工作液,该标准工作液中各组分浓度应与未知样尽量接近。其中三甘醇质量应为混合标样质量的 $(99.0 \pm 0.2)\%$ 。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:带有热导检测器(TCD),具有分流/不分流毛细管柱用进样口,具有程序升温功能的

气相色谱仪。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 磁力搅拌器。

5.4 微量注射器:10 μ L。

5.5 容量瓶:10.0 mL。

5.6 具塞三角瓶:50 mL。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

将三甘醇样品移至已经洗涤并干燥的 50 mL 具塞三角瓶中,放入磁性搅拌子,置于磁力搅拌器上,调节适当的搅拌速度使其搅拌均匀。

6.2 色谱操作条件

色谱条件为:

- a) 色谱柱:DB-WAX 30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m 石英毛细管柱或相当者。
- b) 柱温程序:初温 150 $^{\circ}$ C,保持 0 min;以 70 $^{\circ}$ C/min 程序升温至 250 $^{\circ}$ C,保持 6 min。
- c) 进样口温度:300 $^{\circ}$ C。
- d) TCD 检测器温度:300 $^{\circ}$ C。
- e) TCD 检测器电流:50 mA。
- f) 柱流量:1.0 mL/min。
- g) 分流比:10:1。
- h) 进样量:1 μ L。

6.3 气相色谱定性及定量分析

按上述分析条件(6.2)对标准工作液(4.6)及试样(6.1)进行分析。根据标准工作液色谱峰的保留时间进行定性。按标准工作液中各组分峰面积和质量含量,计算相应的相对质量校正因子。根据所计算的相对质量校正因子按面积归一化法计算试样中各组分含量。三甘醇各组分的保留时间参见附录 A,典型标准工作液气相色谱图参见附录 B。

6.4 结果计算

6.4.1 相对质量校正因子的计算:以三甘醇作为标准物,按式(1)计算标准工作液中 i 组分的相对质量校正因子:

$$f_i = \frac{A_s \times m_i}{A_i \times m_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- f_i ——标准工作液中 i 组分相对质量校正因子;
- A_s ——标准工作液中三甘醇的峰面积;
- A_i ——标准工作液中 i 组分峰面积;
- m_i ——标准工作液中 i 组分质量分数,%;
- m_s ——标准工作液中三甘醇的质量分数,%。

6.4.2 组分的归一化质量分数计算:按式(2)计算三甘醇试样中 i 组分的归一化质量分数:

$$X_{i,n} = \frac{f_i \times A_{i,n}}{\sum_{i=1}^n f_i \times A_{i,n}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：
X_{i,n}——三甘醇试样中*i*组分的归一化质量分数，%；
f_i——按式(1)计算得到的三甘醇试样中*i*组分的相对质量校正因子；
A_{i,n}——三甘醇试样中*i*组分的峰面积；
n——参与归一化计算的组分数。

7 方法精密度

本方法精密度是经 8 个实验室进行协同试验并按照 GB/T 6379.2 和 GB/T 6379.6 计算所得，详细结果见表 1。

表 1 五种组分含量测定的重复性限和再现性限 %

组分	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
水	<i>r</i> =0.034 86	<i>R</i> =0.038 11
一甘醇	<i>r</i> =0.124 32 <i>m</i> +0.000 084	<i>R</i> =0.127 12 <i>m</i> +0.002 24
二甘醇	<i>r</i> =0.073 36 <i>m</i> +0.009 8	<i>R</i> =0.059 64 <i>m</i> +0.021 28
三甘醇	<i>r</i> =0.064 57	<i>R</i> =0.085 06
四甘醇	<i>r</i> =0.064 4 <i>m</i> +0.000 168	<i>R</i> =0.062 16 <i>m</i> +0.005 04
注：式中 <i>m</i> 是分析组分的含量，用质量分数计，以 % 表示。在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(<i>r</i>)，大于重复性限(<i>r</i>)的情况以不超过 5 % 为前提；在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(<i>R</i>)，大于再现性限(<i>R</i>)的情况以不超过 5 % 为前提。		

SN/T 3804—2014

附 录 A
(资料性附录)

三甘醇中各组分的化学分子式、相对分子质量和保留时间

表 A.1 三甘醇中各组分的化学分子式、相对分子质量和保留时间

化合物	化学分子式	相对分子质量	保留时间/min
水	H_2O	18.016	2.28
甘 醇	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	62.07	2.45
二甘醇	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$	106.11	2.77
三甘醇	$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_4$	150.17	3.77
四甘醇	$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_5$	194.23	4.57

附录 B
(资料性附录)

三甘醇标准工作液典型气相色谱图

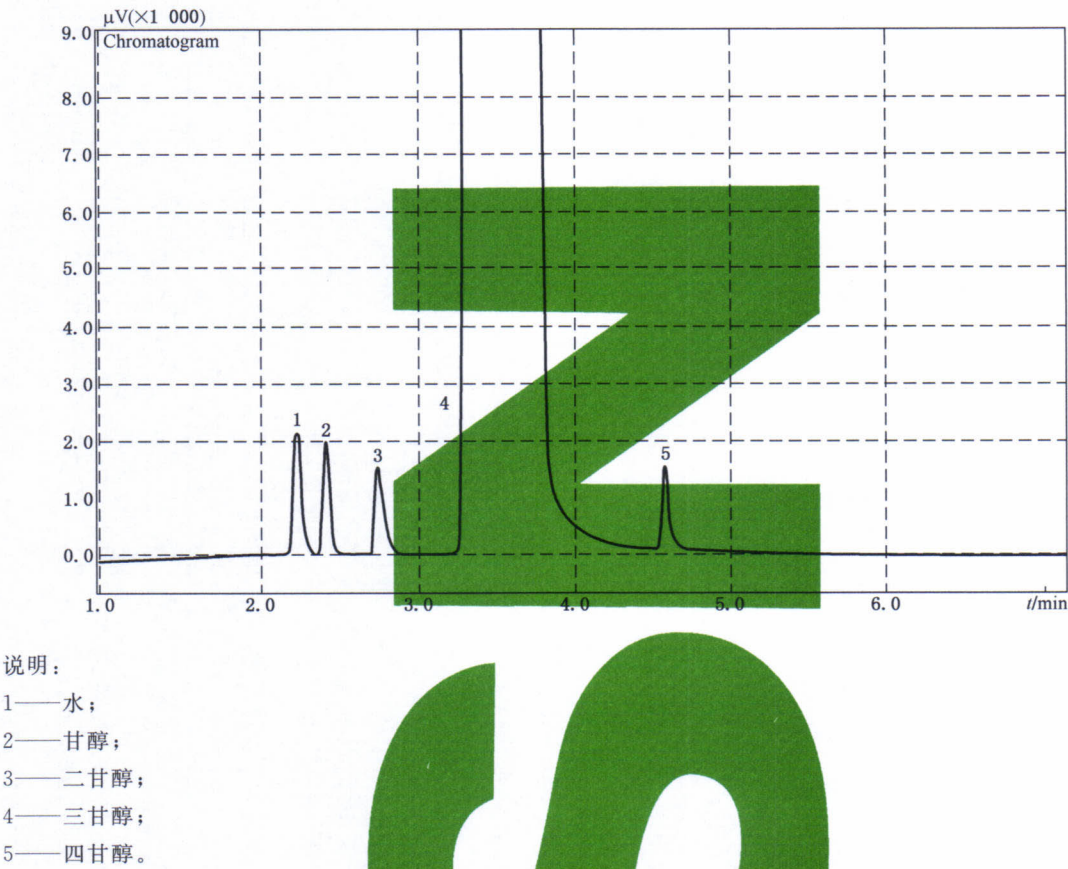


图 B.1 三甘醇标准工作液典型气相色谱图