

液相色谱蒸发光散射检测法测定聚乙氧基化非离子表面活性剂中聚乙二醇含量

1. 背景介绍

聚乙氧基化非离子表面活性剂大都以环氧乙烷为乙氧基化试剂，在反应过程中，环氧乙烷还会发生副反应，生成聚乙二醇（PEG），准确监控聚乙二醇含量对生产工艺及产品质量的控制有重要意义。但聚乙二醇紫外吸收相对较弱，采用常规液相色谱紫外法检测存在难度。因此，本实验依据国家标准《GB/T 17830-2017 聚乙氧基化非离子表面活性剂中聚乙二醇含量的测定 高效液相色谱法》，采用液相色谱蒸发光散射法进行了聚乙氧基化非离子表面活性剂中聚乙二醇含量的测定。

2. 样品制备

参见相关标准《GB/T 17830-2017 聚乙氧基化非离子表面活性剂中聚乙二醇含量的测定 高效液相色谱法》

3. 测试条件

仪器:	EasySep®-1020 液相色谱系统, 配备 ELSD 检测器
色谱柱:	Bischoff ProntoSIL KROMAPLUS, 250×4.6mm, 5μm
流速:	1.0 ml/min
流动相:	A: 甲醇/水 (80/20), B: 甲醇; 梯度洗脱
进样体积	20μL
ELSD 参数设置:	F=2.5 L/min; T=75 °C

梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	100	0
6	100	0
7	0	100
30	0	100
35	100	0

4. 测试结果

1) 色谱图

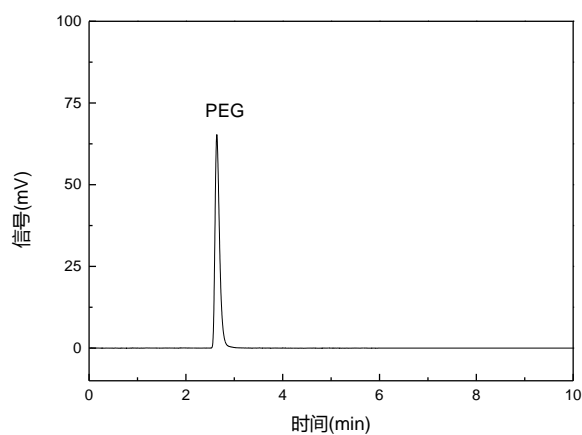


图 1 聚乙二醇检测色谱图

2) 重复性考察

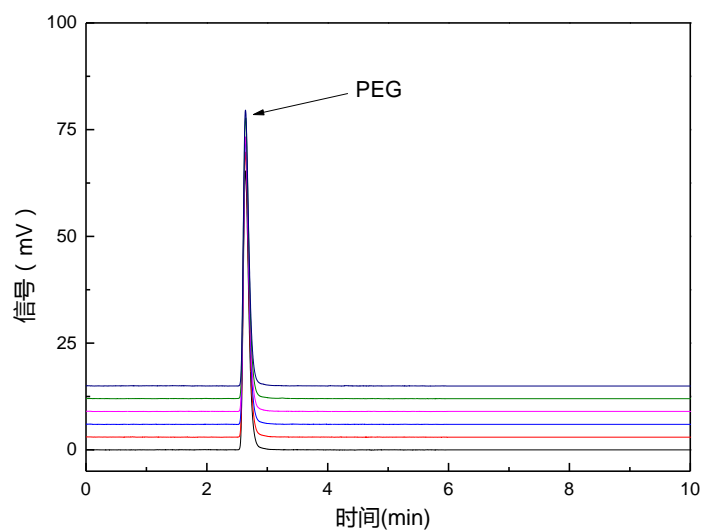
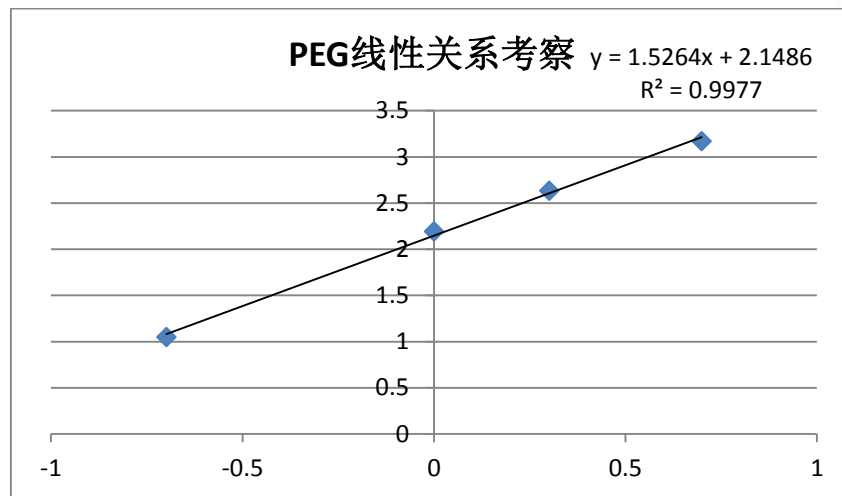


图 2 聚乙二醇检测重复性色谱图

精密吸取标准品溶液 20 μ L，进液相色谱测定，重复进样 6 次，计算得保留时间 $RSD \leq 0.5\%$ 峰面积 $RSD \leq 2.0\%$ ，方法的定性定量重复性良好。

3) 线性关系考察

按照设定的色谱条件，将各标准溶液由低到高依次进样测定。对 PEG 峰面积 A 及溶液中 PEG 质量 m 求对数，以 lgA 为 y 轴，lgm 为 x 轴，绘制标准曲线，结果如下：



5. 结论

采用通微 EasySep ®-1020 液相色谱系统，配备 ELSD 检测器，可以实现聚乙氧基化非离子表面活性剂中聚乙二醇含量的测定，方法准确、灵敏度高、重现性好，可以满足日常分析要求。

6. 配置列表

仪器配置	EasySep ®-1020 Pump 二元梯度泵
	通微 UM 系列 ELSD 检测器
	Unimicro ChromStation 色谱工作站
	Bischoff ProntoSIL KROMAPLUS, 250×4.6mm, 5µm 色谱柱 (货号: 2546E180PK050)