

# 测定聚酯切片中 DEG 含量的影响因素以及改进措施

杨海博 (海南逸盛石化有限公司, 海南 洋浦 578101)

**摘要:** 在聚酯生产过程中, 乙二醇 (EG) 在高温条件下进行自身的合成反应而形成二甘醇 (DEG), 在生产过程中, 由于 DEG 的存在, DEG 中醚键加入到聚酯大分子链段中, 在一定程度上破坏了聚酯大分子链排列的规整性, 从而使链强度下降, 切片中含有一定量的 DEG 有利于纺丝的染色。如果切片中 DEG 含量过少, 在染色时容易出现着色不均匀, 切片中二甘醇 (DEG) 的含量是聚酯 (PET) 的重要质量指标, 在生产过程中必须严格控制。所以在聚酯切片二甘醇 (DEG) 测定过程中必须及时提供准确的分析数据, 然而分析过程由于各种因素影响分析数据及时性和准确性。因而需要对分析过程中的影响因素进行分析并提出改进措施。

**关键词:** 聚酯; 分析; 二甘醇 (DEG); 影响因素; 改进措施

聚酯切片中 DEG 含量的测定采用内标法, 该方法是: 准确称取一定量 PET 样品, 加入一定量 (30mL) 的酯交换液, 在一定温度下 (220℃) 进行酯交换反应 2h, 取其反应液进行气相色谱分析, 根据被测物和内标物的重量及其在色谱图上相应的峰面积求出被测物的含量, 计算公式为:

$$W_{1\%} = (A_1 * F_1 * W_S) / (A_S * F_S * W_M) * 100\%$$

式中:

$W_1$  为被测物中二甘醇的百分含量;

$A_1$ 、 $A_S$  分别是二甘醇和内标物的峰面积;

$F_1$ 、 $F_S$  分别是二甘醇和内标物的校正因子;

$W_S$  为内标物的重量;

$W_M$  为样品重量。

测定过程中耗时近 3h, 操作过程较为复杂, 所以必须严格控制操作步骤, 从而达到分析结果的及时性和准确性。

## 1 选题意义

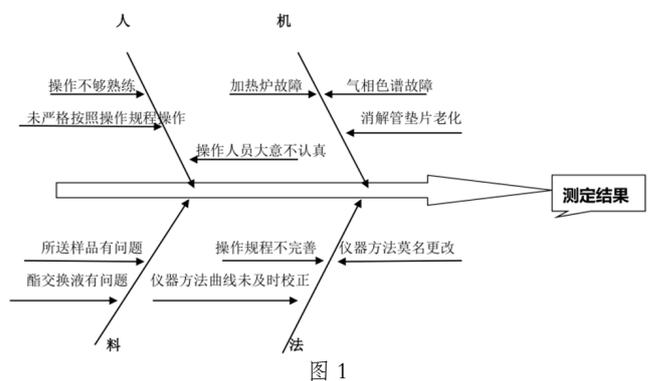
分析结果应具有一定的准确度, 因为不准确的分析结果不能及时上报给生产或者提供有问题的数据给生产, 由此不仅在分析过程中耗费人力物力, 而且可能当生产需要数据不能及时提供或者因给生产提供有问题的数据导致生产作出错误的判断。

但是, 在分析过程中, 即使技术很熟练的人, 用同一方法对同一试样仔细进行多次分析, 也不能得到完全一致的分析结果, 而是分析结果在一定范围内波动, 分析中的误差是客观存在的, 误差以外的分析结果是作为分析员不应该出现的。但是在日常分析工作中, 总会因为一些原因导致无法按时提供准确的数据, 在测定切片中 DEG 含量的过程中因单样分析时间长达 3h 会, 若出现结果不能及时分析出来或者结果偏差较大, 重新分析耗时耗力。在此通过原因分析探究造成测定聚酯切片中 DEG 含量的影响因素, 并分析具体的改进措施。

## 2 原因分析以及改进措施

### 2.1 原因分析

从人员、机器设备、原料、方法、环境 (此项因素忽略) 四个方面对操作过程中的人员要求, 气相色谱, 消解设备 (含消解加热炉设备、消解管), 使用的备品备件如消解管垫片, 实验过程使用的试剂原料, 仪器分析方法等方面, 分析影响测定聚酯切片中测定 DEG 分析时间与分析结果因素如图 1:



### 2.2 针对分析过程中从人员、机器设备、原料、方法影响因素以及具体改进措施

如表 1 所示。

表 1

影响因素	细分影响因素	改进措施
人	操作不够熟练	熟练掌握操作流程
	未严格按照操作规程操作	严格按照操作规程进行分析
	操作人员大意不认真	操作过程每一步认真细心、注意力集中
机	消解炉故障	操作前检查消解炉加热状态良好
	气相色谱故障	定期对仪器进行维护保养, 降低故障发生率, 操作前检查仪器正常状态, 操作中发现仪器问题及时排除故障并做好备用方案 (因操作中出现故障排除故障时间不好把握分析结果不能及时上传须有备用方案)
	消解管垫片老化	①定期更换消解管垫片; ②操作中若发现垫片变形及时更换 (若不及时处理在长达 2h 消解过程中样品不能完全消解)
料	所送样品有问题	①让生产确保样品无误; ②分析前根据经验判断样品有无问题或者通过此样品其他分析数据判断
	酯交换液问题	①严格按照操作方法配制酯交换液; ②配置好酯交换液对标样、标准曲线进行验证
法	操作规程不完善	完善操作规程
	仪器方法莫名更改	分析前检查仪器方法以及仪器运行各项参数。
	仪器方法曲线未及时校正	①对仪器方法曲线定期验证并重新绘制; ②正常操作中发现结果偏差也应及时检查标准曲线

注: 通过长期实际操作总结其中酯交换液有问题, 仪器方法莫名更改, 仪器方法曲线未及时校正, 气相色谱故

障, 消解管垫片老化五项为常见影响因素。

### 2.3 改进措施后验证

利用岛津 GC2010 气相色谱在同样条件下对同一样品多次测量, 对比改进前数据与改进后数据, 其中抽取 50 组数据中 10 组数据对比如表 2:

表 2

序号	改进前测定结果 % (0.93-0.97)	序号	改进后测定结果 % (0.93-0.97)
1	0.92	1	0.92
2	0.82	2	0.94
3	0.94	3	0.94
4	测定失败	4	0.92
5	0.93	5	0.93
6	0.93	6	0.96
7	0.96	7	0.94
8	1.06	8	0.92
9	测定失败	9	0.95
10	0.93	10	0.92

注: 表 2 中改进前分析数据抽取几组典型问题数据。

通过上表分析问题数据原因如下:

①改进前样品序号 2 分析结果偏低, 经过判断由于更换酯交换液后未重新验证仪器标准曲线, 通过重新绘制仪器标准曲线测定结果正常;

②改进前样品序号 4 测定失败经过检查因消解管垫片老化消解过程中高温下溶液蒸干, 经过重新更换消解管垫片测定结果正常;

③改进前样品序号 8 分析结果偏高, 经过检查由于仪器方法参数仪器进样量更改, 重新检查仪器参数确认无误后重新测定分析结果正常;

④改进前样品序号 9 测定失败由于气相色谱仪器故障; 由于故障不能及时排除, 用备用气相色谱仪器进行分析在规定时间内分析出测定数据。

### 2.4 结论

经过对比改进前由于各种因素影响导致测定结果偏高、偏低或者测定失败, 其中各种影响因素为人员、机器设备、原料、方法方面原因, 经过对以上影响因素加以控制, 改进后测定结果可以达到良好的满意度。

### 3 结束语

切片中二甘醇 (DEG) 的含量是聚酯 (PET) 的重要质量指标, 在生产过程中必须严格控制, 所以要求分析操作人员严格按照操作规程, 认真细心操作, 为生产及时提供可靠的数据, 对可能影响测定结果的准确性和及时性的因素加以控制, 可以很大程度降低测定数据的失真率, 提高分析效率, 提升工作质量, 减少测定过程中人力物力的浪费。

### 参考文献:

- [1] 孙伟, 李文. 影响聚酯切片中二甘醇含量的因素 [J]. 合成纤维工业, 2000, 6(23): 60-61.
- [2] 冯舜芳, 用线性回归法测定聚酯切片中二甘醇的含量 [J]. 合成技术及应用, 2001, 4(16): 49-50.

(上接第 239 页) 别, 需要根据实际情况进行选择, 发挥出瓦斯抽放技术的优势, 并且做好适用范围划分, 综合利用各种方法提高井下瓦斯抽放效率。

### 3 井下瓦斯利用意义

瓦斯得到充分利用能够提升煤矿开采安全, 瓦斯具有较高的吸附性, 属于煤层当中非常规气体, 甲烷是其主要成分, 当在空气中浓度达到 5-16% 的时候, 遇明火就会引导爆炸, 这也是瓦斯事故的发生根源。瓦斯防治工作一直都是煤矿安全生产的重点难点。对其进行抽放能够改善煤矿生产环境, 有效的降低事故发生几率, 也是进行煤矿生产安全保障的关键。通过对瓦斯进行充分的利用既能够降低井下瓦斯含量, 有利于煤矿的开采, 同时也能够避免大量瓦斯涌入到空气中, 造成严重的环境污染, 有效地消除了瓦斯危险的发生。瓦斯的充分利用对于调节煤矿产业结构, 有效地解放煤矿生产力具有积极地作用。煤矿企业构建的瓦斯抽放系统能够将瓦斯集中应用, 利用管网路线进行瓦斯运输, 充分发挥出瓦斯的新能源的作用, 并且实现了产业化发展, 在运营的过程当中带动了工业、交通、电力等行业的发展, 同时瓦斯在生活当中应用广泛, 不断地拓宽了生产应用渠道, 促进了区域经济建设发展, 使社会与自然更为协调。瓦斯抽放利用能够解放一定程度的生产力, 对实现了高瓦斯区域的高产高效具有重要的作用。在预抽等环节当中大力开展瓦斯抽放, 提升煤矿开采产量达三倍以上。瓦斯有效利用作为新经济增长点, 充分保障了煤炭开采的经济和社会效益的提升。瓦斯抽放和利用实现

了规模化发展, 大幅降低了煤炭开采安全事故的发生, 同时还降低了煤炭燃烧对于臭氧层、自然环境的影响, 避免生态遭受巨大的破坏, 优化改善了我国新能源开发和利用的能源结构。

### 4 结论

瓦斯作为与煤共存的气体, 主要集中在煤层中, 是一种新型清洁能源, 对瓦斯进行抽放和利用对于环境污染治理有着重要的作用, 并且提升了煤炭企业对瓦斯抽放的积极性, 降低了矿井发生瓦斯几率, 改善了煤矿井下作业环境, 充分保障了作业人员的安全。瓦斯利用率的提升为大规模开展井下瓦斯抽放奠定了基础, 扩大了瓦斯抽放规模, 对于促进瓦斯抽放安全性的提升具有推动效果。瓦斯抽放和利用是利国利民的关键工程, 必须保障煤层气体开发建设顺利进行, 实现煤炭开发、自然保护等多重效益良性发展。

### 参考文献:

- [1] 郭晓庆. 浅谈基本建设矿井瓦斯抽采必要性、可行性和抽采方法分析 [J]. 科技视界, 2014, 11(24): 311-312.
- [2] 张宇丰, 樊腾飞. 浅谈我国矿井瓦斯抽采技术及利用现状 [J]. 科技风, 2015, 32(12): 176-177.
- [3] 张宇昊. 浅谈鹤煤三矿瓦斯抽采及利用现状 [J]. 价值工程, 2018, 43(12): 169-170.
- [4] 吴振玉, 刘君洋, 赵晓娟. 突出矿井瓦斯抽采巷的综合利用浅析 [J]. 内蒙古煤炭经济, 2016, 35(023): 148-149.