

气相色谱内标法测定工业用乙醇中的杂质含量

GC-249

摘要： 本文使用 Nexis GC-2030 (AOC-30i) 建立了工业用乙醇中甲醇、异丙醇、正丙醇等 8 种杂质含量的分析方法。取市售工业用乙醇上机，利用 AOC-30i 自动加标功能实现内标组分的自动添加。结果表明，在 10~1000 mg/L 的浓度范围内，各组分线性相关系数 R 均大于 0.999。取浓度为 50 和 500 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，目标组分及内标的峰面积 RSD 在 3.56-8.75% 之间。本方法使用 AOC-30i 自动加标功能，稳定可靠，避免了手动加内标可能带来的误差，可用于工业用乙醇中杂质组分的测定。

关键词： 气相色谱仪 工业用乙醇 杂质 AOC-30i 自动加标功能

技术特点：

- ❖ 样品无需前处理直接上机测试，简单快捷。
- ❖ 使用 AOC-30i 自动加标功能，实现样品自动添加内标。

工业乙醇的纯度一般为 95% 或 99%。工业乙醇里往往含有少量甲醇、醛类、有机酸等杂质，这大大增加了它的毒性。饮用工业乙醇后会引起中毒，甚至死亡。我国明令禁止使用工业乙醇生产各种酒类，即便如此在 2022 年下半年还有男子误把工业乙醇当白酒致 1 死 2 伤事件发生。

工业乙醇本身应用很广泛，可用于印刷、电子、五金、香料、化工合成、医药合成等方面。所以确认工业乙醇

的品级对生产作业过程质量控制有着至关重要的作用。

本文参考《GB T 6820-2016 工业用乙醇》标准 5.8 章节“甲醇、异丙醇、正丙醇、乙酸酯、C4+C5 醇含量的测定”相关内容，使用 Nexis GC-2030 借助 AOC-30i 自动加标功能实现自动加内标测试分析，建立了工业用乙醇中杂质：甲醇，异丙醇，正丙醇，乙酸酯，C4+C5 醇含量的分析方法。实验结果表明，该方法稳定可靠，满足标准要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030（搭载 AOC-30i 自动进样器）

1.2 分析条件

GC 参数：

色 谱 柱： RTX-1701, 60 m×0.25 mm ×1.0 μm

柱 温 程 序： 40°C (2 min)_10°C /min_70°C _25°C /min_220°C (1 min)

进 样 口 温 度： 250°C

进 样 方 式： 分流进样，分流比 30:1

载 气： 氮气

检测器温度： 250°C

载气控制方式： 恒线速度，33.1 cm/s

空 气 流 量： 200 mL/min

色 谱 柱 流 量： 2 ml/min

氢 气 流 量： 32 mL/min

AOC-30i 参数：

进 样 模 式： L3+L1 (L1 样品，L3 内标)

L3 抽 取 量： 5% (10 WμL 注射器为基准)

进 样 量： 1 μL

■ 样品前处理

直接取工业乙醇至进样小瓶待上机测试。

■ 结果与讨论

3.1 标准品谱图

工业乙醇中杂质目标物标准品色谱图和化合物信息分别见图 1 和表 1。

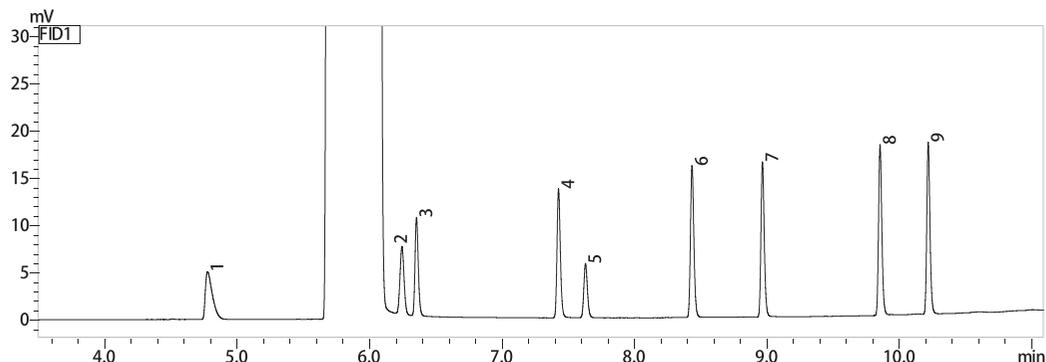


图 1 工业乙醇中杂质目标物色谱图（目标物和内标浓度：100 mg/L）

表 1 化合物信息表

峰号	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	甲醇	Methanol	67-56-1	4.782
2	正己烷 (内标)	n-Hexane	110-54-3	6.249
3	异丙醇	isopropanol	67-63-0	6.359
4	正丙醇	1-Propanol	71-23-8	7.431
5	乙酸乙酯	ethyl acetate	141-78-6	7.634
6	异丁醇	isobutanol	78-83-1	8.439
7	正丁醇	1-Butanol	71-36-3	8.970
8	异戊醇	isoamylol	123-51-3	9.858
9	正戊醇	1-pentanol	71-41-0	10.222

3.2 标准曲线与检出限

精确称取色谱纯甲醇，异丙醇，正丙醇，乙酸乙酯，异丁醇，正丁醇，异戊醇，正戊醇，依次配置为 10、50、100、500、1000 mg/L 的标准曲线浓度点。以同样的方法配置 100 mg/L 正己烷内标。使用 AOC-30i 自动加标功能进样 1 μ L (0.5 μ L 标准品 + 0.5 μ L 内标)，软件设置相关界面如图 2 所示。8 种目标杂质峰在 10~1000 mg/L 的浓度范围内线性相关系数 R 均大于 0.999。以最低点浓度的 3 倍信噪比计算方法检测限，目标化合物标准曲线如图 3 所示，标准曲线线性相关系数如表 2 所示。



图 2 AOC-30i 软件设定界面示意图

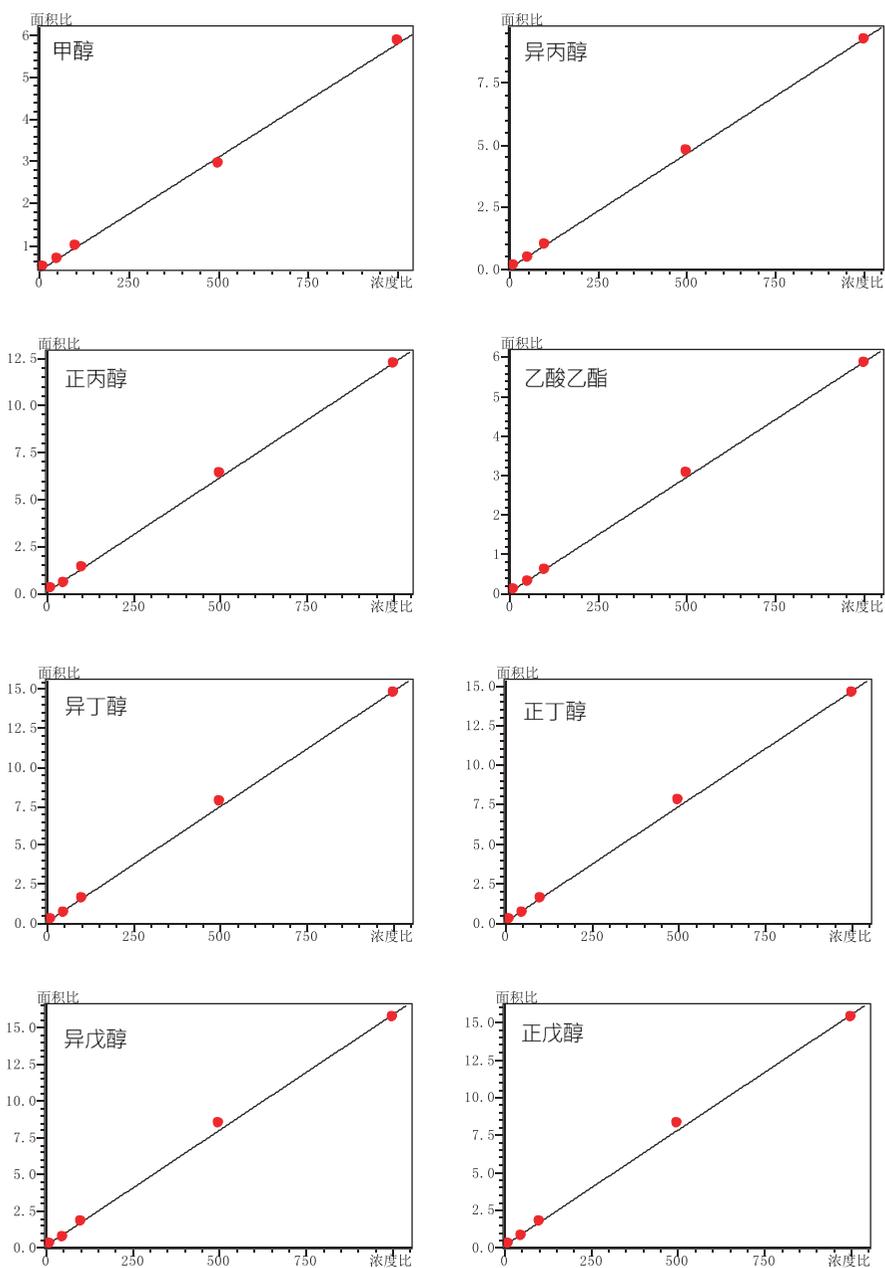


图3 目标组分标准曲线

表2 标准曲线相关系数及方法检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (mg/L)
1	甲醇	0.9992	0.243
2	异丙醇	0.9997	0.355
3	正丙醇	0.9997	0.259
4	乙酸乙酯	0.9997	0.669
5	异丁醇	0.9994	0.281
6	正丁醇	0.9994	0.286
7	异戊醇	0.9991	0.249
8	正戊醇	0.9991	0.247

3.3 重复性

取 50 和 500 mg/L 标准溶液，使用 AOC-30i 自动加标功能进样 1 μ L (0.5 μ L 标准品 + 0.5 μ L 内标)，分别连续进样 6 次，以目标物和内标峰面积 RSD% 考察重复性，结果如表 3 表 4 所示。

表 3 50 mg/L 峰面积重复性结果 (n=6)

化合物名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	平均峰面积	峰面积 RSD%
甲醇	38013	41472	37014	39637	44220	44111	40745	7.49
正己烷 (IS)	27824	27956	29264	30842	27963	30005	28976	4.37
异丙醇	9127	9111	9122	9296	7630	8207	8749	7.68
正丙醇	12241	12396	12294	12559	10390	11113	11832	7.39
乙酸乙酯	5814	5590	5732	5721	4693	4947	5416	8.75
异丁醇	14189	14504	14271	14465	11951	12854	13706	7.70
正丁醇	13870	14344	13920	14194	11767	12610	13451	7.65
异戊醇	15428	15947	15471	15733	13096	14062	14956	7.52
正戊醇	14799	15433	15124	15176	12551	13544	14438	7.89

表 4 500 mg/L 峰面积重复性结果 (n=6)

化合物名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	平均峰面积	峰面积 RSD%
甲醇	104510	106544	105461	102813	112905	110428	107110	3.56
正己烷 (IS)	27664	26627	29442	29217	28850	27987	28298	3.79
异丙醇	94750	87909	88649	86328	88827	95311	90296	4.18
正丙醇	126059	116332	118843	115318	118214	127452	120370	4.26
乙酸乙酯	58743	55443	53794	53337	55008	58362	55781	4.09
异丁醇	155153	141502	145217	141204	143735	156667	147246	4.68
正丁醇	153540	139762	144478	139808	142434	155143	145861	4.68
异戊醇	168717	152029	157904	152968	154870	169850	159390	4.98
正戊醇	164686	148415	154547	149371	151339	165947	155718	4.97

3.4 样品测试结果

取市售 95% 工业用乙醇，按照步骤 2 取样后上机平行检测 2 次，样品色谱图见图 4，测试结果见表 5。

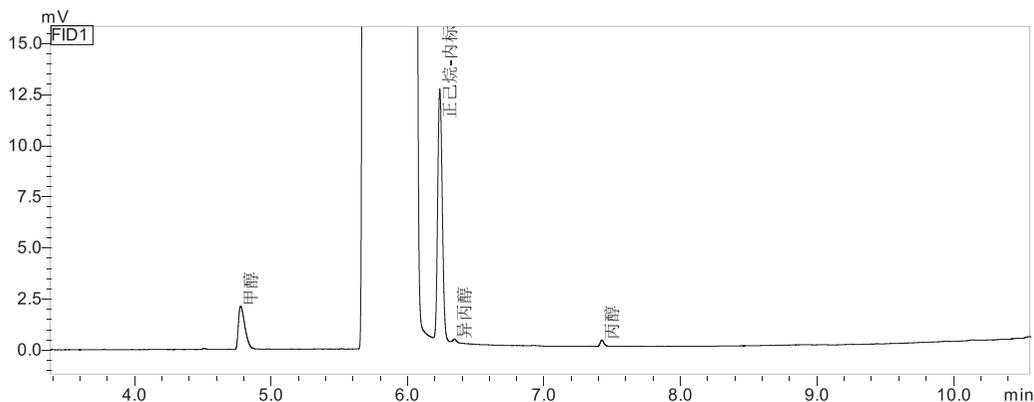


图 4 样品色谱图

表 5 实际乙醇样品测试结果 (mg/L)

No.	组分名称	样品 1-1	样品 1-2
1	甲醇	39.49	40.19
2	异丙醇	0.88	1.07
3	正丙醇	1.66	1.75
4	乙酸乙酯	N.D.	N.D.
5	异丁醇	N.D.	N.D.
6	正丁醇	N.D.	N.D.
7	异戊醇	N.D.	N.D.
8	正戊醇	N.D.	N.D.

■ 结论

本文使用 Nexis GC-2030, 利用 AOC-30i 自动加标功能实现内标组分的自动添加, 建立了工业用乙醇中甲醇, 异丙醇, 正丙醇, 乙酸酯, C4+C5 醇等杂质含量的分析方法。结果表明, 在 10~1000 mg/L 的浓度范围内, 目标组分线性相关系数 R 均大于 0.999。取浓度为 50 mg/L 及 500 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次, 目标组分及内标的峰面积 RSD 在 3.56-8.75% 之间。该方法使用 AOC-30i 自动加标功能, 稳定可靠, 避免了手动加内标带来的误差, 可用于工业用乙醇中杂质组分的测定。

岛津应用云

