

气相色谱法测定工业用异丙醇含量

GC-264

摘要：本文利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，参考国家标准，采用校正面积归一法，建立了测定工业用异丙醇含量的方法。对异丙醇及其杂质，连续 6 次进样，异丙醇及其杂质峰面积 RSD 值均小于 1%，完全满足日常检测的要求。

关键词：气相色谱法 异丙醇 杂质

技术特点：

- ❖ 直接进样分析，无需前处理。
- ❖ 对分析条件进行优化，改善峰形，各化合物分离度良好。

异丙醇 (IPA) 是一种良好的工业溶剂，常作为清洗剂、干燥剂广泛用于半导体生产和加工过程中。异丙醇的纯度和洁净度，对半导体产品的良品率、电性能和可靠性有着十分重要的影响。

目前，异丙醇的生产工艺路线主要有丙烯水合法、丙酮加氢法、乙酸异丙酯加氢法、乙酸异丙酯酯交换法。如丙烯水合法是丙烯在催化剂作用下与水反应，生成异丙醇。该方法在生产过程中会产生 C₆ 组分、

异丙醚、正丙醇等杂质。

电子级化学品的纯度、金属离子、颗粒物等参数是影响其品质的重要指标。本文参考 GB/T 7814-2017《工业用异丙醇》标准，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，采用校正面积归一法，建立了工业用异丙醇纯度及杂质的检测方法，方法重复性好。可为厂商对工业用异丙醇的质量控制提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色 谱 柱：	SH-Rtx-624, 60 m×0.32 mm×1.8 μm
柱 温 程 序：	40°C (22 min)_10°C /min_150°C (10 min)
进 样 口 温 度：	200°C
载气控制模式：	恒线速度
线 速 度：	28.0 cm/sec
进 样 方 式：	分流进样
分 流 比：	50:1
进 样 量：	1.0 μL
载 气：	氮气
检 测 器：	FID 检测器
检测器温度：	280°C
空 气 流 量：	400 mL/min
氢 气 流 量：	40 mL/min
尾 吹 气 流 量：	30 mL/min

■ 样品前处理

样品无需处理，直接进样分析。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

按照标准，配制异丙醇及其杂质的标准混合溶液，经气相色谱仪测定，得到异丙醇及杂质色谱图如下。

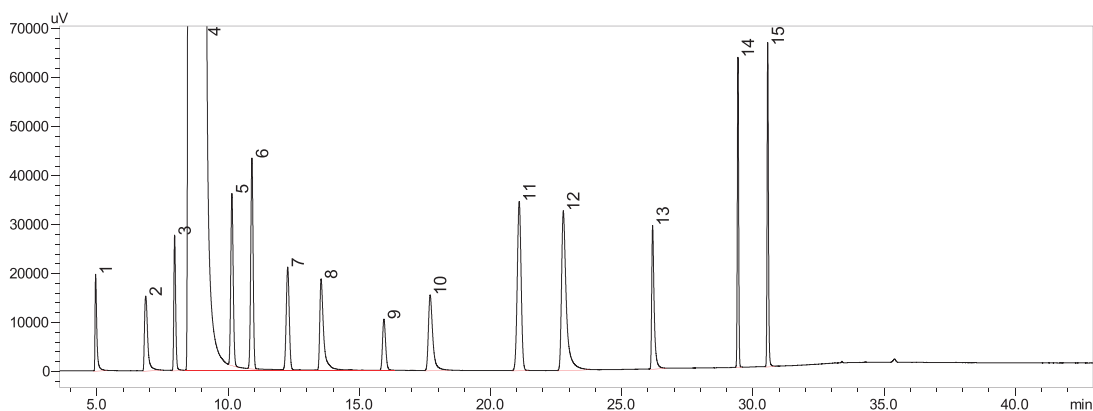


图 1 异丙醇及杂质色谱图

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	相对校正因子
1	甲醇	methanol	67-56-1	4.967	1.599
2	乙醇	ethanol	64-17-5	6.933	1.182
3	丙酮	acetone	67-64-1	8.001	1.081
4	异丙醇	isopropyl alcohol	67-63-0	9.189	1.000
5	叔丁醇	tert-butyl alcohol	75-65-0	10.19	0.717
6	C ₆ 组分	C ₆	110-54-3	10.924	0.558
7	异丙醚	isopropyl ether	108-20-3	12.287	0.765
8	正丙醇	n-propanol	71-23-8	13.561	0.856
9	甲基乙基酮	methyl ethyl ketone	78-93-3	15.942	1.140
10	仲丁醇	2-butanol	78-92-2	17.715	0.867
11	苯	benzene	71-43-2	21.113	0.481
12	异丁醇	2-methyl-1-propanol	78-83-1	22.789	0.733
13	正丁醇	n-butanol	71-36-3	26.196	0.771
14	甲基异丁基甲酮	methyl isobutyl ketone	108-10-1	29.449	0.714
15	甲基异丁基甲醇	isobutyl methyl carbinol	108-11-2	30.588	0.693

3.2 定量方式

按标准要求，使用称量法配制异丙醇及杂质标准混合溶液，采集混合标准溶液，利用公式 (1) 计算各杂质化合物相对异丙醇的相对校正因子。

采集样品，利用公式 (2)，用校正面积归一化法计算典型杂质含量。若除典型杂质外，样品中还有其他未知杂质，可采用校正面积归一化法计算其含量，参照异丙醇的校正因子。

$$\text{相对校正因子计算公式: } fi = \frac{A_{\text{异丙醇}} \times mi_{\text{杂质}}}{(Ai_{\text{杂质}} - Ai_{\text{空白}}) \times m_{\text{异丙醇}}}$$

——fi: 各杂质校正因子与异丙醇校正因子之比 (异丙醇相对校正因子为 1.000) ;

——Ai 杂质: 混合标准溶液中杂质 i 峰面积;

——Ai 空白: 空白溶液中杂质 i 的峰面积;

——mi 杂质: 混合标准溶液中杂质 i 质量 (mg) ;

——A 异丙醇: 混合标准溶液中异丙醇峰面积;

——m 异丙醇: 混合标准溶液中异丙醇质量 (mg)

样品杂质含量计算：
$$\omega_i = \frac{A_{i\text{杂质}} \times f_i}{\sum (A_{i\text{杂质}} \times f_i)} \times (100 - \omega_{\text{水}})$$

ω_i : 杂质 i 含量 (%)

A_i 杂质: 杂质 i 峰面积

f_i : 杂质 i 相对校正因子 (除典型杂质外的未知杂质, 相对校正因子为 1)

$W_{\text{水}}$: 样品中水分含量 (%)

3.3 重复性测试

取异丙醇及杂质标准混合溶液, 连续 6 次进样, 考察重复性。结果见表 2。

表 2 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	甲醇	176083	175667	175371	175524	175968	175838	0.15
2	乙醇	127685	126985	127818	127747	127706	128274	0.32
3	丙酮	91334	91352	9,654	91576	91347	92028	0.30
4	异丙醇	149045839	148832574	148454435	148649460	148787248	148500717	0.15
5	叔丁醇	265670	265469	264900	265377	265742	265416	0.11
6	C ₆ 组分	62644	62311	62836	6,307	63371	63168	0.70
7	异丙醚	92329	92398	93228	91352	91897	92988	0.75
8	正丙醇	220517	219546	222121	222037	221622	224130	0.71
9	甲基乙基酮	138669	137818	140125	139817	139313	140736	0.75
10	仲丁醇	144504	145652	144468	146646	145236	146643	0.67
11	苯	109748	108619	108368	107764	108812	109420	0.66
12	异丁醇	165383	164615	165179	164855	164821	164114	0.27
13	正丁醇	130732	130708	130043	130592	130901	131038	0.26
14	甲基异丁基甲酮	144437	143580	144684	144903	144511	145902	0.52
15	甲基异丁基甲醇	178713	178357	178603	178917	178965	179097	0.15

3.4 样品检测

取不同厂商提供的工业用异丙醇溶剂进行测定。其中某厂商的异丙醇溶剂色谱图如下。按标准要求, 采用校正面积归一化方法, 并扣除水分计算得到异丙醇含量, 具体测定结果见表 3。

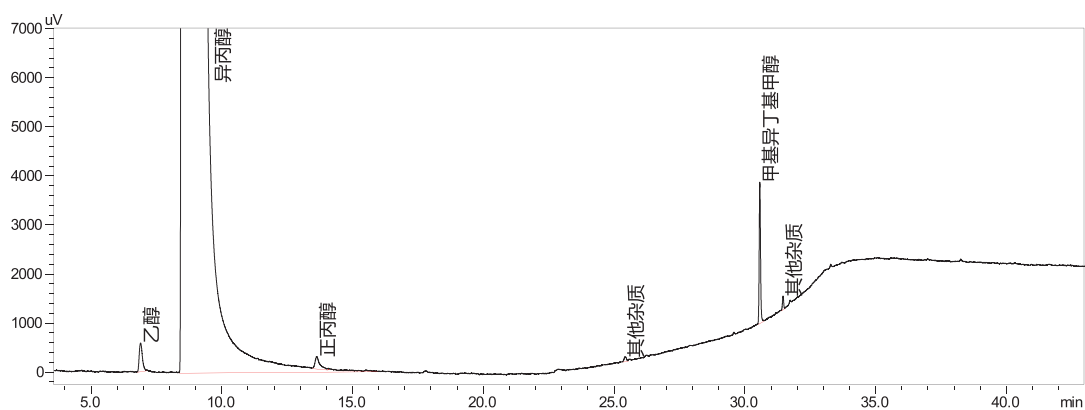


图 2 某厂商异丙醇溶剂色谱图

表 3 不同厂商提供的异丙醇溶剂测定结果

样品名称	异丙醇含量 (%)
1#溶剂	99.969
2#溶剂	99.905
3#溶剂	99.981

■ 结论

本文使用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，参考国家标准，采用校正面积归一法，建立了测定工业用异丙醇含量的方法。取异丙醇及杂质标准混合溶液，连续 6 针进样，异丙醇及其杂质峰面积 RSD 值均小于 1%，完全满足日常检测的要求。该方法可为各厂商工业用异丙醇质量控制提供参考。

岛津应用云

