

离子色谱法测定燃料乙醇中总无机氯含量

LC-326

摘要： 本文使用离子色谱仪，建立了变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯的检测方法。本方法参考国家市场监督管理总局国家标准化管理委员会发布的《GB/T 40062-2021 变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯的测定方法 离子色谱法》，在 0.2~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内建立校准曲线，各化合物线性相关系数均在 0.999 以上，线性良好。氯离子方法检出限为 0.011 mg/L，1 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液重复分析 6 次，氯离子峰面积相对标准偏差为 1.48%，重复性良好。加标回收实验中，6 次加标实验相对标准偏差小于 3%，氯离子的回收及精密度良好。该方法简单方便，能有效的对变性燃料乙醇和燃料乙醇中的无机氯含量进行测定。

关键词： 变性燃料乙醇 燃料乙醇 离子色谱仪 无机氯

无机氯，一般是广泛存在于自然界的氯的 -1 价离子。变性燃料乙醇和燃料乙醇如果存在过多的氯离子，会参与金属的发生电化学反应导致内燃机寿命缩短。所以需要 对变性燃料乙醇和燃料乙醇中无机氯的含量进行监测，改善变性燃料乙醇和燃料乙醇的质量。

目前，变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯

的检测多采用离子色谱法检测，本文参考《GB/T 40062-2021 变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯的测定方法 离子色谱法》，建立了一套快速、准确分析变性燃料乙醇和燃料乙醇中无机氯含量的检测方法，该方法抗基质干扰能力强，检出限低，重现性好，回收率高，从而为变性燃料乙醇和燃料乙醇中无机氯含量的监测提供依据。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 HIC-SP 抑制型离子色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：CBM-20A

自动进样器：SIL-20AC

柱温箱：CTO-20AC

输液泵：LC-20AD

脱气机：DGU-20A₅

抑制器：SPYZ

检测器：CDD-10A vp

色谱工作站：LCsolution Version 6.82

1.2 分析条件

色谱柱：Shodex™ IC SI-36 4D, 3.5 μm , 150 mm \times 4 mm I.D.

流动相：25 mM KOH

流速：0.7 mL/min

柱温：30°C

进样体积：25 μL

洗脱方式：等度洗脱

抑制电流：53mA

1.3 样品前处理

准确吸取试样 2.0 mL 与试管中，至于氮吹仪中，65°C 恒温氮吹至干。取出冷却至室温。准确加入 2.0 mL 水，涡旋振荡 2 min，以溶解试样中的无机氯离子，上仪器分析。

■ 结果讨论

2.1 标准溶液色谱图

氯离子标准溶液色谱图如图 1 所示。

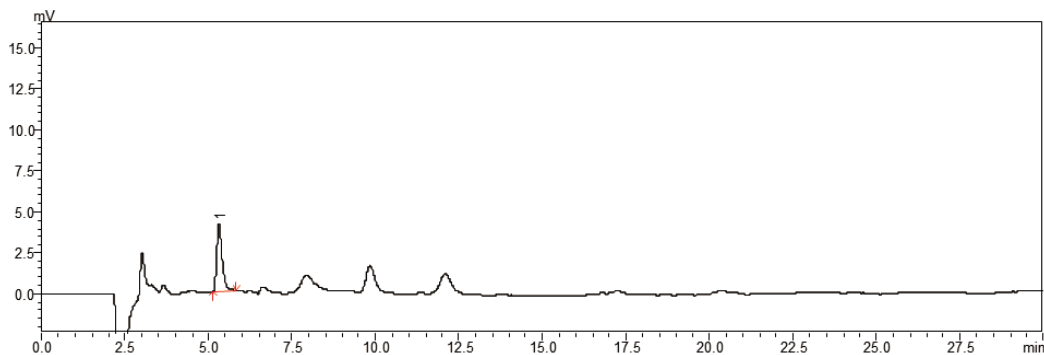


图1 氯离子色谱图 0.2 μg/mL

2.2 校准曲线和检出限

以超纯水为溶剂，配制 0.2~10 μg/mL 校准曲线，得到校准曲线如图 2 所示，线性相关系数均大于 0.999，根据 0.2 μg/mL 标准溶液分析 10 次得到的平均信噪比计算仪器检出限，具体线性相关系数及仪器检出限如表 2 所示。

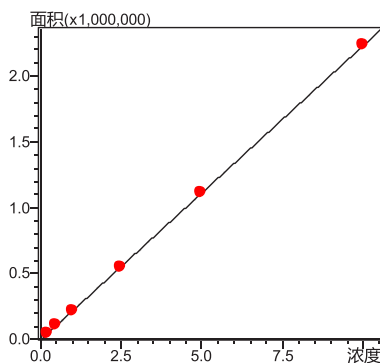


图2 氯离子校准曲线

表2 校准曲线相关信息

校准曲线	相关系数 (r)	精准度 (%)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)
$y = 223975x - 6875.32$	0.9999	98.2-111.0	0.011	0.036

2.3 重复性结果

配制 1 μg/mL 的标准溶液，重复分析 6 次，考察仪器重复性，氯离子保留时间相对标准偏差小于 0.2%，峰面积的相对标准偏差小于 2%，具体结果见表 3。

表3 保留时间重复性实验结果 (n=6)

化合物	保留时间 (min)						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
氯离子	5.308	5.304	5.308	5.307	5.306	5.307	0.01

表4 峰面积重复性实验结果 (n=6)

化合物	峰面积						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
氯离子	215468	215539	221530	222252	222495	219265	1.48

2.4 实际样品测试及加标回收率结果

按照上述的前处理方法处理样品，对实际样品进行加标实验，加标量为 0.5 mg/L、1 mg/L 和 10 mg/L，重复 6 次测定，实际样品中氯离子的浓度及加标回收率见表 4。

表 5 实际样品中残留溶剂浓度和加标回收率 (n=6)

#	加标量 (mg/L)	化合物	平均样品浓度 (mg/L)	加标后平均浓度 (mg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.5	氯离子	0.146	0.604	91.6	1.20
2	1			1.088	108.1	2.68
3	10			9.721	96.9	0.60

计算公式为:
$$\rho = \frac{(\rho_i - \bar{\rho}_0) \times V \times D}{V_1}$$

式中: ρ 为样品中目标化合物的质量浓度, mg/L;

ρ_i 为从标准曲线中得到样品中目标化合物的质量浓度, mg/L;

$\bar{\rho}_0$ 为从标准曲线得到实验室空白中目标化合物质量浓度的平均值, mg/L;

V 为试样的定容体积, mL;

D 为稀释倍数;

V_1 为取样体积, mL。

■ 结论

本文参考国家市场监督管理总局国家标准化管理委员会发布的《GB/T 40062-2021 变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯的测定方法 离子色谱法》，使用岛津离子色谱建立了变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯的检测方法，本方法中检出限、线性、重复性等均优于标准相关要求。

岛津应用云

