

使用G5气相色谱仪 分析工业酒精中乙醇含量

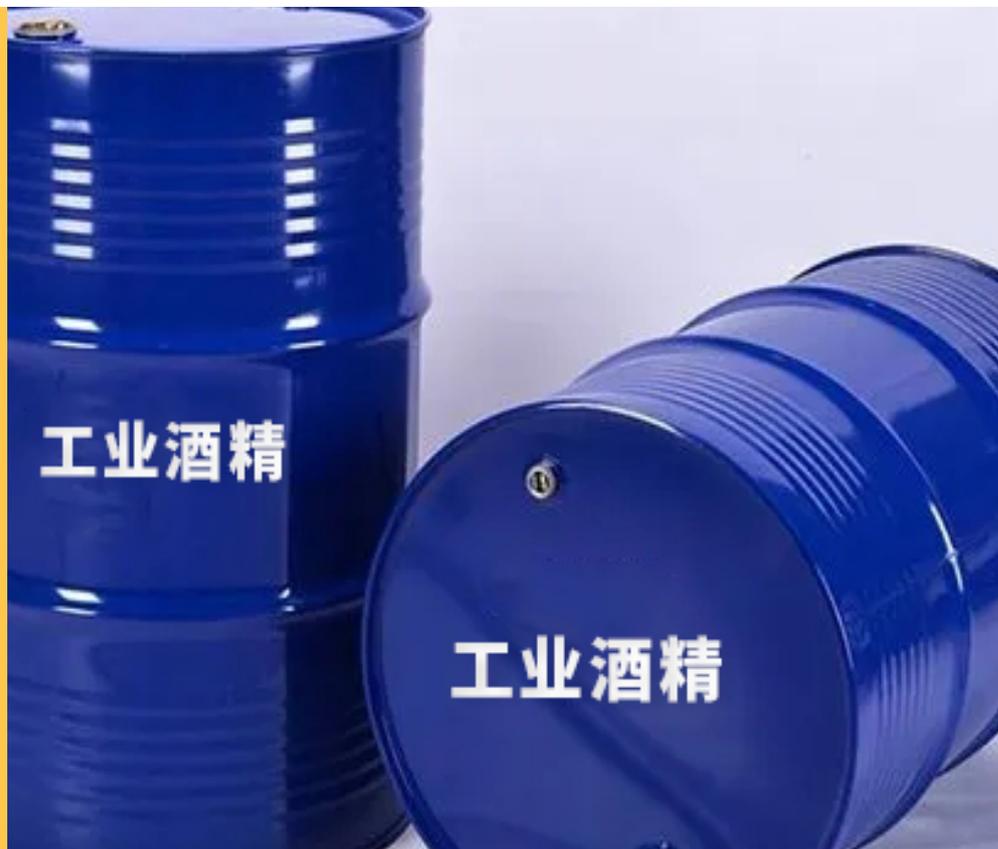
内容提要

摘要

前言

实验部分

结果与讨论



摘要

本应用简报介绍了使用 AS1 液体自动进样器、G5 气相色谱仪分析工业酒精中乙醇含量的方法。本例采用 GB 5009.225-2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》第三法气相色谱法中内标法,对四种工业酒精含量进行了试验,相关系数大于 0.99 以上。

前言

乙醇是一种有机物,俗称酒精,是带有一个羟基的饱和一元醇,乙醇的用途很广,在 20 °C 常温下,乙醇的熔点是 -114.1 °C,沸点是 78.3 °C。乙醇含量的测定,目前多采用蒸馏后比重瓶法、气相色谱法、分光光度法、红外光谱法。气相色谱分析优势明显:分析速度快,一般只需几分钟到几十分钟便可完成一次分析;灵敏度高,可以检测出超纯气体、高分子单体和高纯试剂等;应用范围广,通常只要沸点在 500 °C 以下,且在操作条件下热稳定性良好的物质,理论上均可以采用气相色谱技术进行分析。

本文将参考 GB 5009.225-2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》标准对工业酒精进行分析,本标准适用于酒精度较低的葡萄酒、啤酒食品范围,因此在分析浓度过高的工业酒精时,我们将尝试采取降低样品量的方式,以满足工业酒精的方法适用性。



使用G5气相色谱仪 分析工业酒精中乙醇含量

实验部分

本实验所使用北京普析通用公司生产的 G5 气相色谱仪和 AS1 液体自动进样器,其中 G5配置火焰离子化检测仪(FID) 检测器,所使用的色谱柱购自北京佳分,规格为不锈钢填充柱Chromosorb103 (3m×3mm, 60~80目),方法所使用的色谱条件参数,见表一。

表一. G5 方法条件参数

参数	值
柱箱温度	恒温 200 °C, 保持 10 min.
载气	氮气 (纯度>99.999%)
载气流速	40 mL/min*
进样口温度	240 °C
检测器温度	240 °C
氢气流量	40 mL/min
空气流量	500 mL/min
进样方式	不分流进样
进样量	1.0μL

*表示为皂膜流量计测得数值

试剂

实验所使用的试剂,乙醇(ethanol)、正丁醇(n-butanol),纯度均大于 99.0 %,均购自上海阿拉丁 Aladdin 公司。

工作溶液配制过程

分别吸取 2.0、3.0、4.0、5.0、7.0 mL 乙醇试剂,于 100 mL 容量瓶,用纯水定容,混匀后分别移取上述溶液 10.0 mL 至 10 mL 容量瓶中,再向其中加入 0.5 mL 正丁醇作为内标,配制好的系列标准溶液乙醇浓度分别为 2.0、3.0、4.0、5.0、7.0 % (v/v),按照方法条件,以乙醇浓度为横坐标,以乙醇和内标峰面积的比值为纵坐标,绘制标准曲线。

结果与讨论

本例中使用四种工业酒精进行试验,移取 0.4 mL 试样于 10 mL 容量瓶,用纯水定容,再向其中加入 0.5 mL 正丁醇作为内标,混匀后按照色谱方法条件测定,按照公式一进行计算。

$$X = c \times f$$

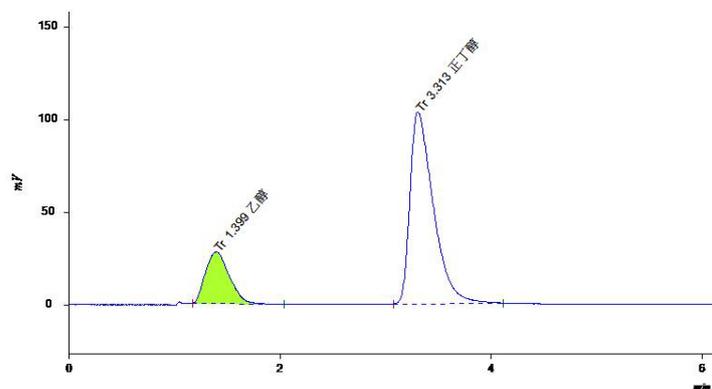
公式一中:

X—试样中乙醇的含量,以% (v/v) 表示;

C—试样测定液中乙醇的浓度,以% (v/v) 表示;

f—试样稀释倍数,本例中稀释倍数为 25

结果保留小数点后一位;



乙醇标准曲线图谱7.0%乙醇

表二. 乙醇各浓度与内标峰面积

浓度 (%)	乙醇峰面积 (mv×s)	内标面积 (mv×s)	峰面积比
2.0	434130.486	1595226.869	0.214
3.0	638377.458	1597484.84	0.286
4.0	813325.394	1507814.889	0.350
5.0	1001214.672	1491857.393	0.402
7.0	1406644.252	1406644.252	0.478

表三. 三种工业酒精乙醇含量

样品名称	乙醇峰面积 (mv×s)	内标峰面积 (mv×s)	峰面积比	乙醇浓度 (%)	乙醇含量 (%)
精馏-1	735674.375	1498236.841	0.329	3.670	91.3
精馏-2	727547.649	1496732.545	0.327	3.632	
新鲜-1	741159.891	1457291.334	0.337	3.806	95.2
新鲜-2	786871.969	1581777.621	0.332	3.720	
S05-1	564954.82	1483118.742	0.276	2.819	70.2
S05-2	561313.581	1488430.439	0.274	2.796	
S06-1	324745.743	1433262.007	0.187	1.649	41.9
S06-2	326048.25	1449351.092	0.185	1.630	

结论

考虑了工业酒精中乙醇含量高的特点,并结合 GB 5009.225-2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》第三法气相色谱法,采用降低取样量的方式,使得本法可以满足不同浓度工业酒精分析要求,酒精生产企业可以借鉴此法,建立检验方法。