

气相色谱法测定燃料乙醇中的水分

韩秀丽, 刘金盾, 马晓建

(郑州大学化工学院, 河南 郑州 450002)

摘要: 研究了气相色谱法分析燃料乙醇中的水分。色谱柱为 Porapak Q 填充柱 (2 m × 3 mm), 载气为氢气, 最佳工作条件: 柱温 150 , 检测器温度 150 , 进样器温度 160 , 桥流 100 mA, 载气流速为 36 mL/min, 进样量为 0.5 μ L; 并利用外标法建立了标准曲线。结果表明, 该法用于燃料乙醇中水分的测定, 有较好的准确度和精密度; 样品峰形对称, 重现性好, 方法简便, 适合大量样品的测定。

关键词: 分析检测; 气相色谱; 燃料乙醇; 水分

中图分类号: O657.71; TS262.2; TS261.7 文献标识码: B 文章编号: 1001- 9286(2007) 03- 0103- 02

Determination of Water Content in Fuel Ethanol by Gas Chromatography

HAN Xiu-li, LIU Jin-dun and MA Xiao-jian

(College of Chemical Engineering, Zhengzhou University, He'nan, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: The determination of water content in fuel ethanol by gas chromatography was introduced. A 2 m × 3 mm column packed with Porapak Q and hydrogen carrier gas was used and the optimal working conditions were as follows: column temperature at 150 , detector temperature at 150 , sampling chamber temperature at 160 , range as 100 mA, carry gas velocity as 36 mL/min, and sampling quantity as 0.5 μ L. The content of water was detected by standard curve. The results suggested that it was a satisfactory method with high precision and accuracy, good reproductivity and symmetrical peak shape of samples. This method could be used in the determination of large amount of samples.

Key words: analysis and determination; gas chromatograph; fuel ethanol; water

能源在人类文明和科技进步中起着举足轻重的作用, 随着矿物燃料大量的开采与消耗, 能源危机为我们敲响了警钟。我国已成为世界第二能源消费大国, 对石油的依赖程度越来越大, 石油涨价为其他替代能源产业提供了发展空间。我国“十五”期间确定的一项重要战略举措就是广泛推广使用变性燃料乙醇^[1-2]。燃料乙醇就是可作为燃料用的无水乙醇, 其水分含量是产品质量的重要指标之一^[3], 因而燃料乙醇中微量水分的测定显得十分重要。

GB18350- 2001 变性燃料乙醇中水分含量的测定采用卡尔·费休滴定法。虽然卡尔·费休方法用于测定微量水分是众所周知的^[4], 但该方法要求反应物为无水状态, 操作麻烦, 并且卡尔·费休试剂中含有几种有毒物质, 是实验室应用的最大障碍。

本文利用气相色谱法测定燃料乙醇中的微量水分, 操作简单, 适用于大批样品的测定。

1 材料与方法

1.1 仪器和材料

GC- 14C 气相色谱仪 (岛津苏州公司); CBM- 102 色谱工作站 (日本岛津); 1 μ L 微量注射器 (澳大利亚); Porapak Q 高分子小球填充柱 2 m × 3 mm (兰州中科安泰分析科技有限公司); SGH- 300 高纯氢发生器 (北京东方京华苑科技有限公司); 787 型- 卡尔费休水分测定仪 (瑞士万通); 皂沫流量计 (上海科创色谱仪器有限公司); 无水乙醇: 天津市科密欧化学试剂开发中心。

1.2 色谱条件

色谱柱: 2 m × 3 mm 不锈钢柱, 色谱柱使用前程序升温老化 10 h; 固定相: Porapak Q 高分子小球; 检测器: 热导池; 载气: 氢气; 载气流速: 36 mL/min; 柱温 150 ; 检测器温度 150 ; 进样器温度 160 ; 桥流 100 mA; 进样量 0.5 μ L。

基金项目: 河南省重大科技攻关项目“车用燃料乙醇生产的关键技术及开发应用研究”(0122032200), 2005 年获得河南省科技进步二等奖。

收稿日期: 2006- 12- 21

作者简介: 韩秀丽 (1966-), 女, 博士研究生, 副教授。

该方法用于测定燃料乙醇中的水分非常灵敏,既可测定微量水,也可测定高含量水,典型色谱图如图 1、图 2 所示(注:前面为水峰,后面为乙醇峰)。

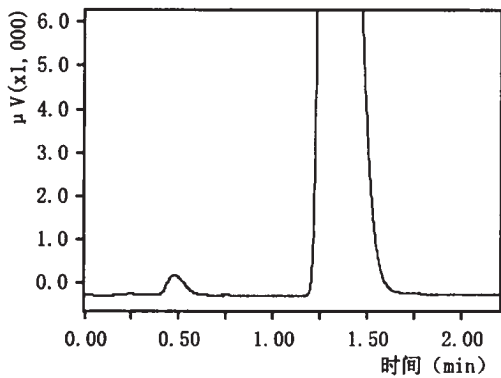


图 1 水含量为 0.10 %的燃料乙醇色谱图

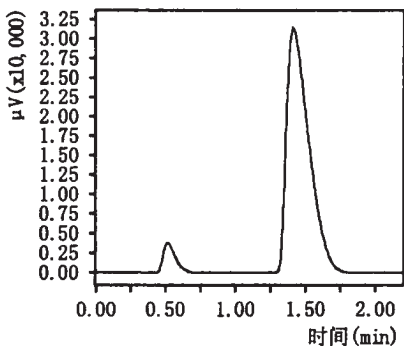


图 2 水含量为 0.53 %的燃料乙醇色谱图

2 结果与分析

2.1 绝对乙醇的制备

原理: $Mg + 2C_2H_5OH \rightarrow Mg(OC_2H_5)_2 + H_2$
 $Mg(OC_2H_5)_2 + 2H_2O \rightarrow Mg(OH)_2 + 2C_2H_5OH$
 实验步骤: 在 250 mL 干燥的圆底烧瓶中加入 0.6 g 干燥纯净的镁条和 10 mL 99.7 %的乙醇, 安装回流冷凝管, 冷凝管上口附加一支无水氯化钙干燥管。在沸水浴中加热至近沸, 移去热源, 立即加入几粒碘(此时不要振荡), 可随即反应。若反应慢可稍微加热, 若不见反应补加几粒碘。当金属镁反应完毕后加入 100 mL 99.7 %的无水乙醇和几粒沸石, 水浴加热回流 1 h。改成蒸馏装置补加沸石后, 水浴加热蒸馏, 收集 78.5 ℃馏分, 贮存于磨口试剂瓶中保存。用 787 型-卡尔费休水分测定仪测得该绝对乙醇中水的浓度为 0.02 %。

2.2 标准曲线

燃料乙醇产品中水分含量很低, 必须用绝对乙醇配

制标准溶液。用天平准确称取一定质量的超纯水和绝对乙醇, 配制成不同浓度的水标准溶液, 然后以水色谱峰的面积 of 纵坐标, 水的百分含量为横坐标绘出标准曲线, 见图 3。回归方程为 $W_{H_2O}\% = 2.1844 \times 10^{-4}A - 0.4816$; 相关系数 0.9988。

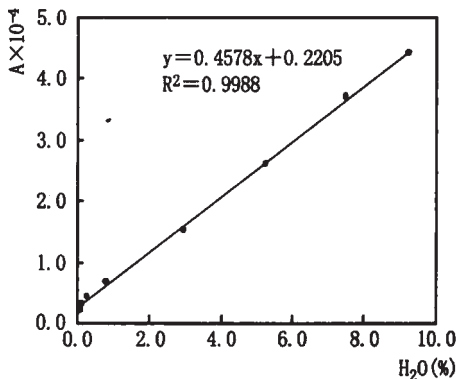


图 3 水的工作曲线

2.3 样品测定

取 0.5 μL 燃料乙醇样品, 在选定的色谱条件下进行测定, 同时用卡尔·费休法测定该燃料乙醇样品, 结果见表 1。

表1 燃料乙醇中水的分析结果

样品 编号	测定结果 (%)			平均值 (%)	相对标 准偏差 (%)	卡尔·费 休法结果 (%)
1 [#]	0.53	0.51	0.50	0.52	2.5	0.51
	0.52	0.53	0.52			
2 [#]	0.18	0.17	0.19	0.18	4.2	0.16
	0.17	0.18	0.18			

3 结论

按本方法测定燃料乙醇中的水分, 有较好的准确度和精密密度。样品峰形对称, 重现性好, 方法简便, 适合大量样品的测定。

参考文献:

[1] 傅其军,苏毅.全球促进燃料乙醇发展的 21 世纪高新技术展望[J].广西轻工业,2005,(5): 5- 9.
 [2] 王成军.燃料乙醇在美国和巴西的发展[J].国际石油经济, 2005,13(5): 51.
 [3] GB 18350- 2001, 变性燃料乙醇[S].
 [4] GB 606- 88, 化学试剂水分测定通用方法(卡尔·费休法)[S].

绍兴黄酒产销两旺

本刊讯: 2006 年, 绍兴县黄酒销售收入为 108613 万元, 比上年增长 24.5 %; 黄酒总产量 1211718 千升, 比上年增长 14.5 %; 黄酒销量 184790 千升, 比上年增长 17.8 %; 实缴税费 14375 万元, 比上年增长 30.8 %; 实现利润 7900 万元, 比上年增长 22 %; 黄酒出口量 12855 千升, 比上年略增 0.8 %; 出口交货值 1394 万美元, 与上年持平。黄酒行业中有 59 个产品获“绍兴县黄酒放心品牌”。(容)