



能源

采用紧凑型离子色谱系统测定 E85 变性燃料乙醇中的硫酸盐

作者

Terri Christison, Jeffrey Rohrer
美国加利福尼亚州桑尼维尔市
Thermo Fisher Scientific

简介

作为不可再生石油燃料的替代品，替代性燃料（如植物中提取的乙醇）获得了广泛的关注。因为乙醇也是精神麻醉剂，因此可以添加汽油、甲醇或丁醇等非适口性溶剂，以阻止燃料乙醇的消耗。这种燃料乙醇被称为“变性乙醇”。此外，由于变性乙醇来源于植物，因此可能包含高浓度的氯化物和硫酸盐，而由于离子的腐蚀性，这些氯化物和硫酸盐可能会损坏车辆的发动机。因此，我们有必要测定氯化物和硫酸盐的浓度，并确定可能通过氧化反应转变成硫酸盐的硫离子浓度。带有抑制器的离子色谱法 (IC)，经证明，这种方法可以作为准确且灵敏的测定方法，如行业标准 ASTM D7328 方法¹ 和改良型 ASTM D7328 方法 (Thermo Scientific 应用更新 72996: 测定变性乙醇中的潜在硫酸盐)²。

在本应用简报中，使用手动制备的碳酸盐淋洗液，在 Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS22 阴离子交换色谱柱上展示了相同的应用，其中抑制器升级到当前最新。可见，通过 Thermo Scientific™ Dionex™ Inuvion™ 离子色谱系统可以促进应用。

关键词

Dionex Inuvion 离子色谱系统；碳酸盐淋洗液；改良型 ASTM D7328 方法；Dionex IonPac AS22 色谱柱

方法

试剂和标准品

- 去离子水，ASTM I 型
- Thermo Scientific™ Dionex™ AS22 淋洗浓缩液；碳酸钠 / 碳酸氢盐浓缩液 (100X) (货号 063965)。制备淋洗液时，将用去离子水将 10 mL 浓缩液稀释至 1 L 的总体积。
- 用 30% (w/w) 过氧化氢 (经 ACS 认证) 制备的 7.5% 过氧化氢溶液，Thermo Scientific™ (Fisher 化学品货号 H325-500)。制备 7.5% 过氧化氢时，在 75 mL 去离子水中添加 25 mL 的 30% 过氧化物。
- Thermo Scientific™ Dionex™ 混合七混合七种 II (货号 057590)
- Thermo Scientific™ Dionex™ 氯化物标准品 (1,000 mg/L) (货号 037159)。采用去离子水稀释，制备工作标准品。
- Thermo Scientific™ Dionex™ 硫酸盐标准品 (1,000 mg/L) (货号 037160)。采用去离子水稀释，制备工作标准品。

样品和样品制备

从本地燃料乙醇供应商处获得商业 E85 燃料乙醇 (样品 A)。另外，还对我们实验室的 ACS 级 80% 乙醇进行了评估 (未示出)。为了测定准确度，需要测定添加的氯化物和硫酸盐标准品的回收率 (在 E85 样品中添加 3 mg/L，实验室乙醇中添加 1 mg/L)。

根据应用更新 72996 中的使用说明制备样品。测定潜在的氯化物和硫酸盐时，取一个 15 mL 的玻璃小瓶，在 2 mL 的样品中添加 0.5 mL 的 7.5% 过氧化氢，然后手动摇晃 30 秒。采用 Fisherbrand™ Isotemp™ 加热块 (货号 88-860-021) 和氮气顶空，使样品在 65°C 下蒸发干燥。使用去离子水将干燥样品复溶至 2 mL，并分析是否存在氯化物和硫酸盐。在本应用中，制备一式三份的乙醇样品并充分混合，再装入 5 mL 的自动采样瓶。

仪器方法参数

仪器	Dionex Inuvion 系统 (货号 22185-60108)，含柱温箱和泵脱气模块
自动进样器	Thermo Scientific™ Dionex™ AS-DV 自动进样器 (货号 B51002023)，配有 5 mL Thermo Scientific™ Dionex™ PolyVials™ 和过滤器盖 (货号 038141)
色谱柱	Dionex IonPac AS22, 4 mm 色谱柱组 (货号 064141、064139)
淋洗液	4.5 mM 碳酸钠 1.4 mM 碳酸氢钠
流速	1.2 mL/min
进样量	25 μ L
柱温	30 °C
检测	抑制电导法，Thermo Scientific™ Dionex™ ADRS 600 (4 mm) 抑制剂 (货号 088666CMD 或 088666)，31 mA，自循环模式，恒定电流
背景电导	约 20 μ S/cm
系统背压	约 1,800 psi (100 psi = 0.6894 MPa)
样品制备	用过氧化氢将有效氯和硫氧化成潜在的氯化物和硫酸盐。蒸发干燥，用去离子水复溶至 2 mL。
运行时间	14 分钟
软件	Thermo Scientific™ Chromeleon™ 数据系统 (CDS) 软件 7.3.2 版

结果

本次分析对象为乙醇 E85 燃料和实验室 80% 乙醇样品。为了确定样品的含量，重复进样 1、2、5、8 和 10 mg/L 氯化物和硫酸盐三次，以测定氯化物和硫酸盐的线性方程。结果表明，曲线不强制过原点时线性良好，氯化物和硫酸盐的判定系数分别为 $r^2 = 0.9988$ 和 $r^2 = 0.9999$ 。

图 1 对比了 (A) E85 样品和 (B) 添加 3 mg/L 氯化物和硫酸盐的样品 A 的色谱图。为便于比较，色谱图 C 展现了 5 mg/L 标准品。3 mg/L 氯化物和硫酸盐的回收率分别为 90% 和 98%，证明了该方法的准确度。本应用简报演示了在 Dionex Inuvion 离子色谱上，采用改良型 ASTM D7328 方法测定 E85 燃料乙醇中的氯化物和硫酸盐的过程。

峰:	A	B	C
1. 氯化物	0.56 mg/L	3.25	5.0
2. 硝酸盐	-	-	-
3. 硫酸盐	3.60	6.28	5.0

参考文献

- ASTM D3278, Standard Test Method for Determination of Existence and Potential Sulfate and Total Inorganic Chloride in Fuel Ethanol by Ion Chromatography Using Aqueous Sample Injection.
- Thermo Scientific Application Update 72996: Determination of potential sulfate in denatured ethanol using modified ASTM D7328. 2019 (accessed May 2023)

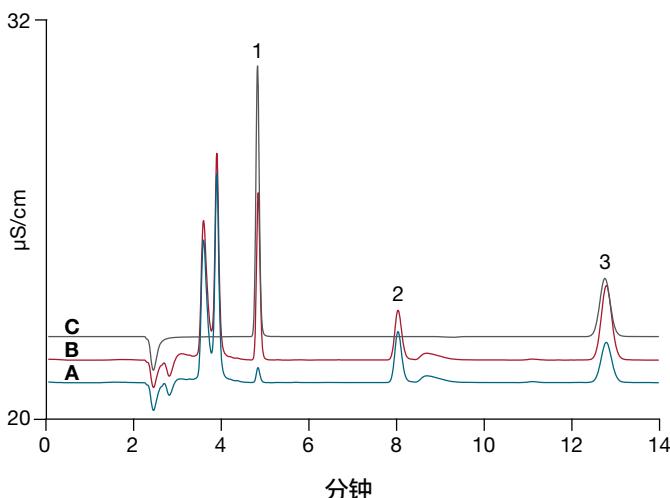


图 1. (A) E85 燃料乙醇和 (B) 添加 3 mg/L 氯化物和硫酸盐的样品 A 中的氯化物和硫酸盐。与 (C) 5 mg/L 标准品对比。

欲了解更多信息，请访问 thermofisher.com/inuvion

一般实验室设备 - 不适用于诊断程序。© 2023 Thermo Fisher Scientific Inc. 保留所有权利。除非另有规定，否则所有商标均为 Thermo Fisher Scientific 及其子公司所有。此信息为展示 Thermo Fisher Scientific 产品功能的一个示例。并非旨在鼓励以任何可能侵犯他人知识产权的方式使用这些产品。规格、条款和价格可能有所变化。并非所有产品在所有国家均有销售。详情请咨询当地销售代表。AP002323-EN 0623S

thermo scientific