

## 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

## 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

## 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<sup>1</sup>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）<sup>2</sup>。

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。

方法

试剂和标准品

- 去离子水，ASTMI 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℃ 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 µL
柱温	30 °C
检测	抑制电导法，Thermo Scientific™ Dionex™ ADRS 600 (4 mm) 抑制器（货号 088666CMD 或 088666），31 mA，自循环模式，恒定电流
背景电导	约 20 µS/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

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

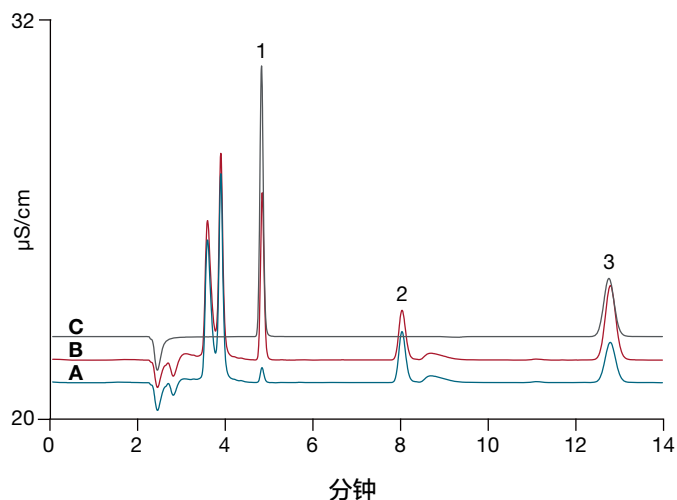


图 1. (A) E85 燃料乙醇和 (B) 添加 3 mg/L 氯化物和硫酸盐的样品 A 中的氯化物和硫酸盐。与 (C) 5 mg/L 标准品对比。

欲了解更多信息，请访问 [thermofisher.com/inuvion](https://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