



中华人民共和国国家标准

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

Method for determination of total inorganic chloride in denatured fuel
ethanol and fuel ethanol—Ion chromatography

2021-04-30 发布

2021-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国变性燃料乙醇和燃料乙醇标准化委员会(SAC/TC 349)提出并归口。

本标准起草单位:吉林燃料乙醇有限公司、山东龙力生物科技股份有限公司、山东京博石油化工有限公司、中国科学院过程工程研究所、中粮生物科技股份有限公司、河南天冠企业集团有限公司。

本标准主要起草人:刘霄、王雁飞、王莹、肖林、夏蕊蕊、吕光龙、徐英博、陈洪章、王岚、宋莲芳、王林凤。



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

1 范围

本标准规定了测定变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯含量的离子色谱法,包括试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、计算、分析结果的表述、精确度(95%置信水平)及质量保证与控制。

本标准适用于变性燃料乙醇和燃料乙醇中总无机氯离子含量的测定。

注:本标准总无机氯离子的测定含量范围为 0.08 mg/L~10.0 mg/L,检出限 0.02 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义



下列术语和定义适用于本文件。

3.1

变性燃料乙醇 denatured fuel ethanol

加入变性剂后用于调配车用乙醇汽油的燃料乙醇。

注:变性燃料乙醇可按规定的比例与汽油混合作为车用点燃式内燃机的燃料。

3.2

燃料乙醇 fuel ethanol

未加入变性剂,可用作燃料的乙醇。

3.3

总无机氯 total inorganic chloride

以盐酸、氯化物或其混合物状态存在的氯离子。

4 原理

采用氮吹仪将变性燃料乙醇或燃料乙醇试样吹干,用水充分溶解试样中的总无机氯离子,定容到需要的体积;将水溶液注入离子色谱仪,根据阴离子交换柱对不同离子亲和力不同而进行分离,利用电导检测器进行测定;根据氯离子的相对保留时间定性,采用峰面积外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 水:GB/T 6682 规定的二级水。

5.2 氯化钠:基准试剂。

5.3 碳酸钠:优级纯。

5.4 碳酸氢钠:优级纯。

5.5 氮气:纯度不低于 99.99%(体积分数)。

5.6 氯离子标准储备液:购买标准溶液或按以下方法配制:

- a) 氯离子标准储备液 A(1 000 mg/L):使用前,将氯化钠(5.2)置于 500 °C~600 °C 的高温炉内灼烧至恒重;准确称量 1.648 5 g 氯化钠,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀;
- b) 氯离子标准储备液 B(100 mg/L):准确移取 10.0 mL 氯离子标准储备液 A,置于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

5.7 碳酸钠/碳酸氢钠淋洗液:4.5 mmol/L 碳酸钠和 1.4 mmol/L 碳酸氢钠混合溶液按以下方法配制:

- a) 使用前,在 270 °C~300 °C 灼烧碳酸钠(5.3)至恒重;称量 47.70 g 碳酸钠和 11.76 g 碳酸氢钠(5.4),用水溶解后置于 100 mL 容量瓶中,用水定容,配制得到 4.5 mol/L 碳酸钠和 1.4 mol/L 碳酸氢钠混合溶液,作为碳酸钠/碳酸氢钠储备液;密封储备于冰箱冷藏室 4 °C 储存,有效期不超过 3 个月;
- b) 临用前准确移取 2.0 mL 上述碳酸钠/碳酸氢钠储备液,置于 2 L 容量瓶中,用水定容,混匀,配制成碳酸钠/碳酸氢钠淋洗液。

6 仪器和设备

6.1 离子色谱仪,包括:

- 色谱柱:阴离子交换分离柱和阴离子保护柱;
- 样品进样装置:包括六通阀、样品定量环和注射器;
- 抑制器:阴离子自动电解再生膜抑制器或者其他等效抑制器;
- 电导检测器:可以进行温度补偿或自动调整量程;
- 色谱数据系统。

6.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

6.3 烘箱。

6.4 干燥器。

6.5 氮吹仪。

6.6 容量瓶:100 mL、1 000 mL、2 000 mL。

6.7 注射器:平头,5.0 mL。

6.8 无机过滤膜,0.22 μm。

6.9 仪器设备典型操作条件见表 1。

表 1 典型操作条件

淋洗液	4.5 mmol/L 碳酸钠和 1.4 mmol/L 碳酸氢钠
淋洗液流速	1.0 mL/min
色谱柱温度	30 ℃
进样器	六通阀
样品定量环	25 μL
抑制器	自循环抑制器
检测器	电导检测器
检测器温度	35 ℃

7 分析步骤

7.1 仪器准备

开启离子色谱仪,按仪器使用说明书调试、准备仪器,以达到表 1 所示的典型操作条件或获得同等分离的其他适宜条件。待基线稳定后进行样品的测定。

7.2 标准曲线

7.2.1 标准溶液的配制

分别吸取氯离子标准储备液 B[5.6b)]0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10.0 mL 分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度线。配制成氯离子浓度分别为 0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.5 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的系列标准溶液。

7.2.2 标准溶液的绘制

取上述标准溶液从低浓度到高浓度,依次将标准溶液引入定量环中,由淋洗液经六通阀载入阴离子交换柱,分离并检测氯离子。以氯离子浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线或计算线性回归方程。

7.3 试样测定

7.3.1 试样制备

准确吸取试样 2.0 mL 于试管中,置于氮吹仪中,65 ℃ 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,以溶解试样中的总无机氯离子。

注：试样吸取量、加水量可根据设备及试样浓度进行调整。

7.3.2 试样测定

抽取上述试样通过滤膜(6.8)注入色谱进行测定,记录色谱峰的保留时间、峰面积或峰高。变性燃料乙醇中氯离子色谱图见图 1。

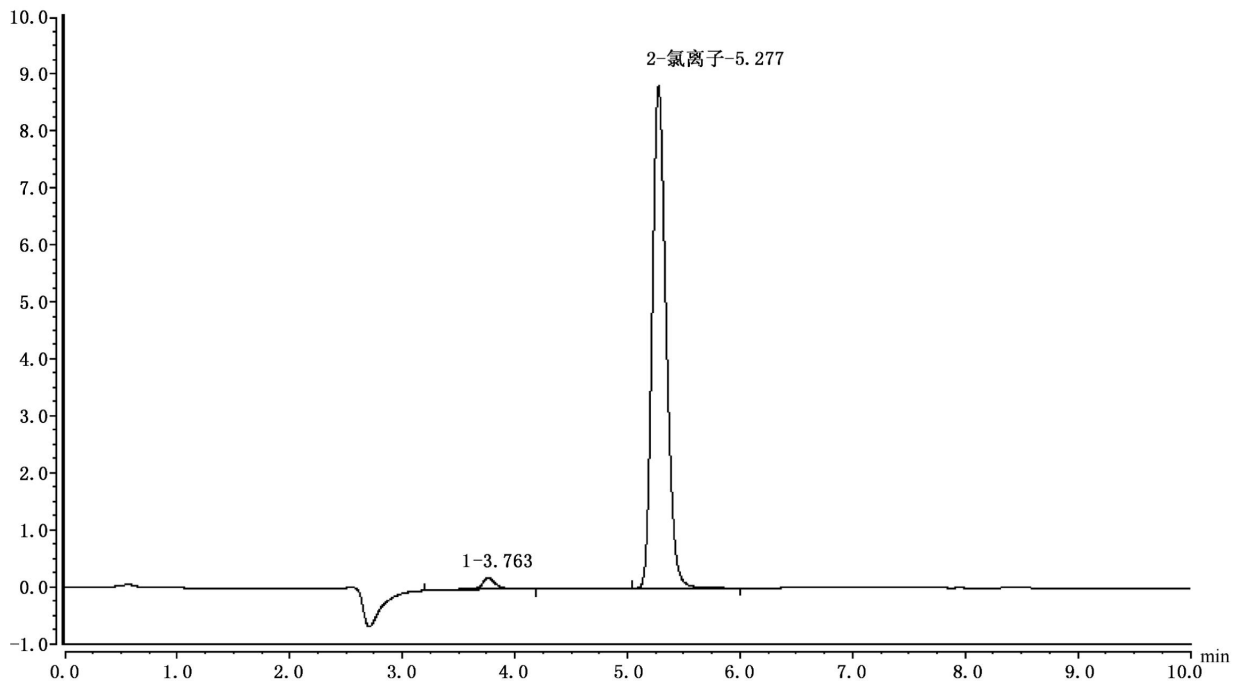


图 1 变性燃料乙醇中氯离子色谱图

7.4 空白试验

同时以实验用水代替试样,经与试样制备相同的前处理过程,按照试样分析步骤,测量空白试样的峰面积。

8 计算

样品中氯离子含量 c 按照公式(1)计算。

$$c = \frac{A - A_0 - a}{b} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——试样中氯离子的含量,单位为毫克每升(mg/L);

A ——试样中氯离子的峰面积(或峰高);

A_0 ——试空白的峰面积(或峰高);

a ——回归方程的截距;

b ——回归方程的斜率;

f ——样品稀释因数。

9 分析结果的表述

对于任意试样,以两次重复测定结果的算数平均值报告分析结果,结果保留小数点后一位,按 GB/T 8170 的规定修约。

10 精确度(95%置信水平)

重复性:在同一实验室,同一分析者使用同一台仪器,在相同操作参数下,以标准和准确的操作,重复测定同一试样所得的两个结果之差,不应超过表 2 中数值。

再现性:在不同实验室,由不同分析者进行同样的测定时,所得的两个独立测定结果之差,不应超过表 2 中数值。

表 2 重复性及再现性

氯离子含量 mg/L	重复性限 mg/L	再现性限 mg/L
0.08~0.3	0.05	0.21
0.3~1.0	0.13	0.33
1.0~5.0	0.31	1.22

11 质量保证与控制

11.1 空白试验

每批样品至少进行两次空白试验,空白试验测定结果应低于方法检出限,否则应查找原因。

11.2 标准曲线

每次开机,应绘制标准曲线,标准曲线的线性相关系数应不小于 0.99,否则应重新绘制标准曲线或追溯标准溶液的配制。

