

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4569—2016

### 生物柴油中甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、 正丁醇、异丁醇、叔丁醇及仲丁醇的测定 气相色谱法

Determination of methanol, ethanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol,  
isobutanol, tert-butanol and 2-butanol in biodiesel—  
Gas chromatography

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：严莎、王素梅、高博、王晶。

# 生物柴油中甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、 正丁醇、异丁醇、叔丁醇及仲丁醇的测定 气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了生物柴油中  $C_1 \sim C_4$  8 种醇类含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于生物柴油中甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、异丁醇、叔丁醇、仲丁醇含量的测定。

## 2 方法提要

采用溶剂稀释的方式,将样品定量溶解于二氯甲烷中。采用气相色谱法分析生物柴油中醇类的含量,外标法定量。

## 3 试剂和材料

3.1 无水硫酸钠:优级纯,在  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  下灼烧 4 h,在干燥器内冷却至室温,密封储存备用。

3.2 二氯甲烷:色谱纯。

3.3 甲醇标准品(CAS 67-56-1),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.4 乙醇标准品(CAS 64-17-5),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.5 正丙醇标准品(CAS 71-23-8),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.6 异丙醇标准品(CAS 67-63-0),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.7 正丁醇标准品(CAS 71-36-3),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.8 异丁醇标准品(CAS 78-83-1),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.9 叔丁醇标准品(CAS 75-65-0),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.10 仲丁醇标准品(CAS 78-98-2),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.11 标准溶液(现用现配):准确称取 8 种醇类标准样品各 0.10 g(精确至 0.000 1 g)置于 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷溶解定容。该溶液含 8 种醇类各 1 000 mg/L。

3.12 标准工作溶液(现用现配):用微量移液枪分别移取 150  $\mu\text{L}$ 、200  $\mu\text{L}$ 、400  $\mu\text{L}$ 、600  $\mu\text{L}$ 、800  $\mu\text{L}$ 、1 000  $\mu\text{L}$  的标准溶液(3.11)到 10 mL 容量瓶中并用二氯甲烷定容,配制成浓度为 15 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、60 mg/L、80 mg/L、100 mg/L 的标准工作液。

3.13 有机相过滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

3.14 一次性注射器:5 mL。

## 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配 FID 检测器。

4.2 毛细管色谱柱:DB-624(6%氰丙基+94%甲基聚硅氧烷),30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ,或相当者。

4.3 微量移液枪:100  $\mu\text{L}$ ~1 000  $\mu\text{L}$ 。

4.4 容量瓶:100 mL 和 10 mL。

4.5 天平:精度 0.000 1 g。

## 5 分析步骤

### 5.1 样品制备

准确称取 4 g(精确至 0.01 g)生物柴油样品于 10 mL 容量瓶(4.4)中,用二氯甲烷(3.2)溶解定容。取 3 mL 溶液加入放了 2 g 无水硫酸钠(3.1)的注射器(3.14),用有机相过滤膜(3.13)过滤,取滤液待测。

注 1: 自实验室收到样品起,在完成样品分析前,将原始容器密封保存至 0℃~5℃ 条件下。

注 2: 对于目标化合物含量较低的样品,可以加大样品称重;对于目标化合物含量高的样品,可以将原样品溶液定量稀释后再进行分析,使分析溶液中目标化合物的含量保持在测试线性范围之内。

### 5.2 气相色谱测定

#### 5.2.1 色谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱仪的通用参数。设定的参数应保证样品中的  $C_1 \sim C_4$  8 种醇类含量能够得到有效的测定,下列给出的参数证明是可行的。标准溶液的色谱图参见附录 A:

- a) 毛细管色谱柱:DB-624,30 m × 0.25 mm × 0.14 μm 或相当者;
- b) 柱温:初温 40℃,保留 1 min;以 2℃/min 程序升温至 50℃,保持 1 min;再以 10℃/min 程序升温至 230℃,保持 30 min;
- c) 进样口温度:200℃;
- d) 检测器温度:250℃;
- e) 载气( $N_2$ ):1.0 mL/min,恒流方式;
- f) 进样方式:分流进样,分流比 20:1。

#### 5.2.2 标准曲线

待仪器稳定后,按照 5.2.1 色谱条件,对标准工作溶液(3.12)进行测定,绘制标准曲线。

#### 5.2.3 样品的测定

按照 5.2.1 色谱条件,对样品溶液(5.1)进行测定。根据目标化合物的保留时间定性,外标法进行定量。

### 5.3 空白实验

除不加试样外,按照上述 5.1~5.2 测定步骤进行。

## 6 结果计算

试样中各醇类的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{0i}) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  —— 试样中目标化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

- $c_i$  ——样品溶液中醇类的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_{0i}$  ——空白溶液中醇类的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  ——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $f$  ——稀释因子;
- $m$  ——样品的质量,单位为克(g)。
- 结果取两次测定的平均值,保留 3 位有效数字。

## 7 测定低限

本方法对 8 种醇类的测定低限均为 40 mg/kg。

## 8 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

不同操作者,不同实验室对同一测定物质,按正常和正确的实验方法操作,获得的两个连续测定结果之间的差,不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。



SN/T 4569—2016

附 录 A

(资料性附录)

8 种醇类标准品溶液的色谱图

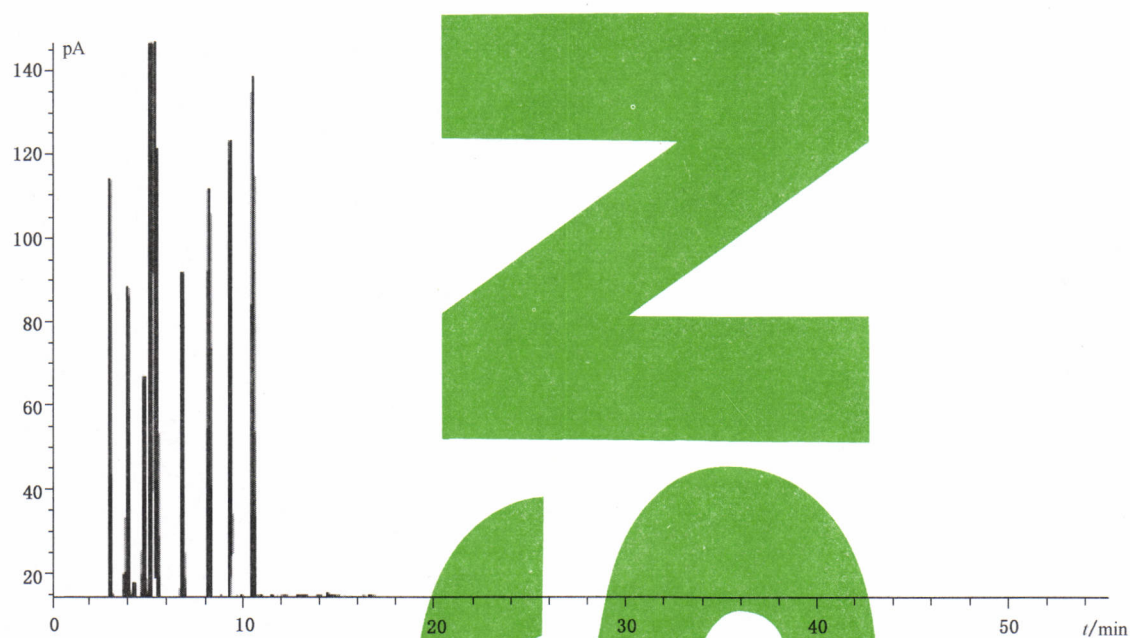
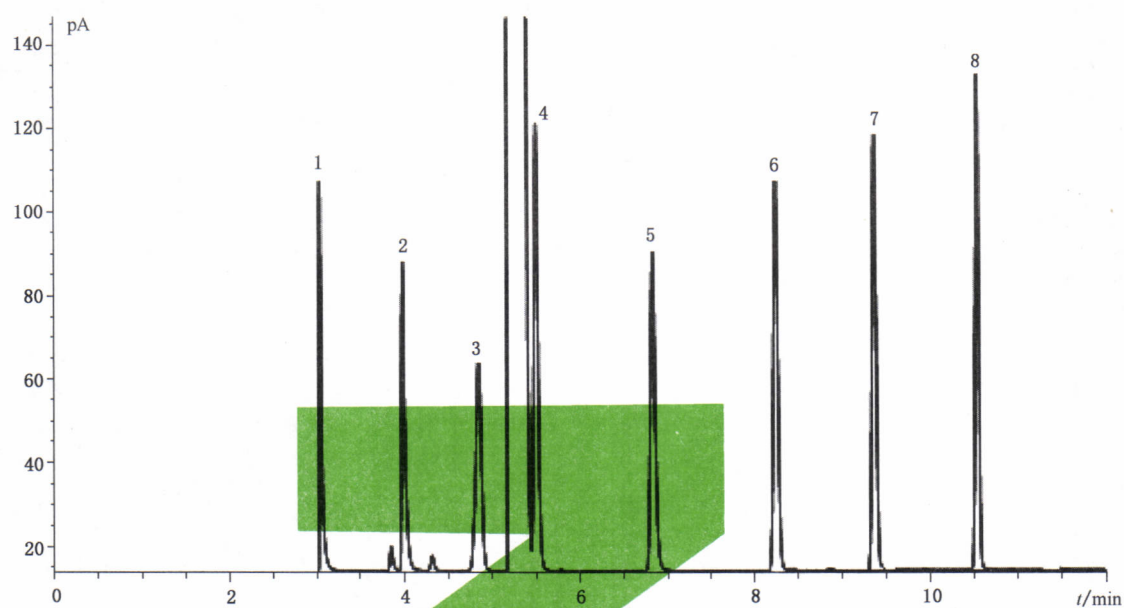


图 A.1 8 种醇类标准溶液的原始气相色谱图



说明:

- 1——甲醇;
- 2——乙醇;
- 3——异丙醇;
- 4——叔丁醇;
- 5——正丙醇;
- 6——仲丁醇;
- 7——异丁醇;
- 8——正丁醇。

图 A.2 8 种醇类标准溶液的气相色谱图(0~12 min 段色谱图)

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
生物柴油中甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、  
正丁醇、异丁醇、叔丁醇及仲丁醇的测定  
气相色谱法

SN/T 4569—2016

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
总编室:(010)68533533

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2017年11月第一版 2017年11月第一次印刷  
印数 1—500

\*

书号: 155066·2-32372 定价 16.00 元



SN/T 4569-2016