

小分子醇、酸、醛含量测定 解决方案

目录

第 1 章 前言 1

第 2 章 仪器设备与试剂 2

第 3 章 小分子醇和酸检测 3

3.1 实验方法 3

3.2 实验结果 3

3.3 结论 5

第 4 章 小分子醇、酸、醛检测 6

4.1 溶液配制 6

4.2 实验结果 6

第1章 前言

能源短缺和环境污染是人类社会发展面临的最严峻的问题之一。目前，世界上能源的消耗仍以不可再生的化学能源为主。大量的消耗不仅让人类面临能源枯竭的危机，同时还会产生大量以 CO_2 为主的温室气体。近年来，将 CO_2 和水转化为碳基燃料的电化学研究一直吸引着人们的兴趣。

CO_2 通过电化学或光化学手段还原，可以生成为一氧化碳、甲烷、甲醛、甲酸、乙醛、乙酸、丙酸、甲醇、乙醇、丙醛、异丙醇等。对反应产物含量进行分析可以了解能源效率、反应选择性和总转化率等等，对科研工作者掌握研究进展，优化研究方案具有重要意义。

依利特仪器针对科研工作者对 CO_2 还原产物含量分析的需求，结合国内外文献资料，提出了使用示差折光检测器和紫外可见检测器串联同时对小分子醇、酸、醛含量进行检测的解决方案，供相关人员参考。



第2章 仪器设备与试剂

示差折光检测器为通用型检测器，可以对所有小分子醇和酸进行检测，但其灵敏度较低，不能用于痕量检测；紫外可见检测器对绝大多数在紫外-可见光的波长范围内有特征吸收的物质均有较高的检测灵敏度；两种检测器的串联使用，取长补短，即能实现总量分析，又能完成对甲酸、乙酸等具有代表性的物质进行痕量分析的需求。

表2-1 小分子醇和酸检测HPLC系统配置

序号	名称	数量
1	示差检测器	1台
2	紫外-可见检测器	1台
3	P3100 高压恒流泵	1台
4	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1个
5	ZJ-1 阀支架	1个
6	AD 适配器、AD 适配器启动包	1套
7	专用色谱柱 8.0×300mm	1支
8	EClassical 3100 系统工具包	一套
9	TP3100 溶剂托盘	一个
10	O3100 色谱柱恒温箱	1台
11	色谱数据处理工作站	1套
12	500mL 溶剂瓶（无色）	2只
14	S3100 自动进样器(选配)	1台

注：或同等配置的其他型号高效液相色谱仪。

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶（50mL、1000 mL）、移液枪（0~1000 μL）、移液枪枪头（100 μL、5mL）、烧杯（100 mL）一次性 PVC 手套、一次性口罩等若干。

表2-2 所需试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	无水乙醇	分析纯
3	甲酸	分析纯
4	乙酸	分析纯
5	异丙醇	分析纯
6	丙酸	
7	甲醛	
8	乙醛	
9	KHCO ₃	分析纯
10	浓硫酸	-

表2-3 主要前处理设备

序号	名称	规格型号
1	溶剂过滤器	1000mL
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W
4	精密电子天平	感量为万分之一

第3章 小分子醇和酸检测

3.1 实验方法

3.1.1 溶液配制

(1) 称取 10g KHCO_3 固体于烧杯中，加水超声溶解后，转移至 1000mL 容量瓶中，定容至刻度线，配成 0.1mol/L 的 KHCO_3 溶液。

(2) 标准品配制：用移液枪分别移取 2.5mL 甲醇、乙醇、甲酸、乙酸、异丙醇于 50mL 容量瓶中，缓慢滴加 0.1mol/L 的 KHCO_3 溶液至刻度线，将此容量瓶中溶液转移到烧杯中，用玻璃棒搅拌至无气泡，缓慢滴加硫酸溶液，pH 调至 2.50 左右。配制成 5% 体积浓度的甲醇、乙醇、甲酸、乙酸、异丙醇溶液。此溶液作为母液待用。将上述母液稀释一定倍数，配制成 1%，0.5%，0.1%，0.01% 体积浓度的标准液。

(3) 样品处理：将样品使用硫酸调 pH 到 2.5 左右，备用。

3.1.2 色谱条件

流动相：5mM H_2SO_4

色谱柱：专用色谱柱 8.0×300mm

进样体积：20 μL

检测：示差折光检测器、紫外-可见检测器（200nm）

流量：0.75mL/min

柱温：50 $^{\circ}\text{C}$

3.2 实验结果

3.2.1 标准品分析结果

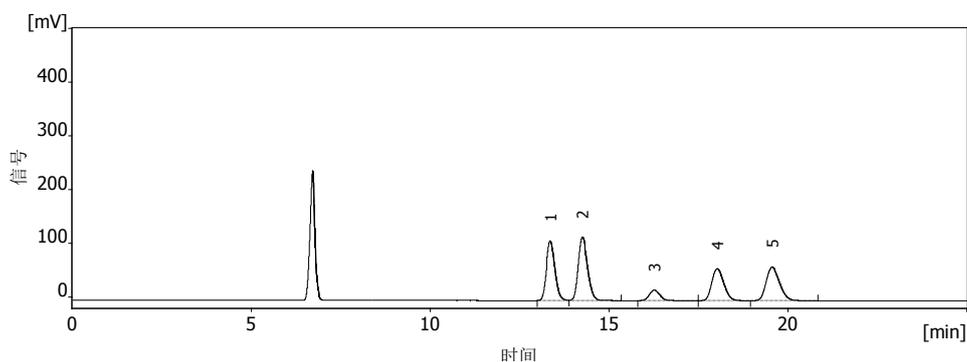


图3-1 小分子醇和酸混合标准品分离色谱图（5% 体积浓度，示差折光检测器）

1.甲酸；2.乙酸；3.甲醇；4.乙醇；5.异丙醇

表3-1 标准品分析色谱参数（示差折光检测器）

峰号	物质名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.min)	分离度
1	甲酸	13.36	32.289	---
2	乙酸	14.25	25.660	1.92
3	甲醇	16.26	17.228	3.91
4	乙醇	18.02	32.520	3.08
5	异丙醇	19.56	36.736	2.34

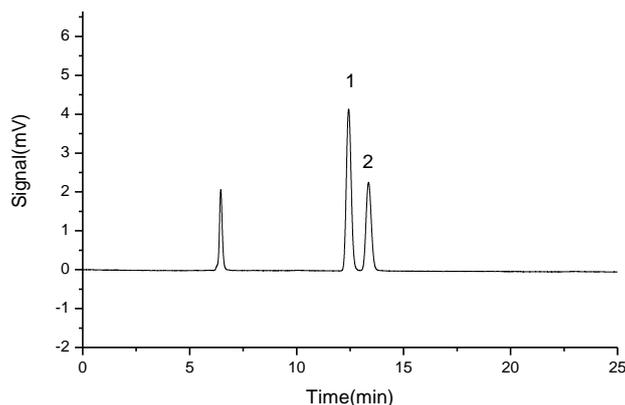


图3-2 小分子醇和酸混合标准品分离色谱图（0.01%体积浓度，紫外-可见检测器）

1.甲酸；2.乙酸

表3-2 标准品分析色谱参数（紫外-可见检测器）

峰号	物质名称	保留时间 (min)	峰高 (mAU)	分离度
1	甲酸	12.43	4.14	---
2	乙酸	13.36	2.26	2.10

3.2.2 标准品线性相关性（示差折光检测器）

配制体积浓度分别为 1%，0.5%，0.1%，0.01%的混标工作液，按浓度由低至高进样，以标准品浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线，各物质的标准溶液线性相关性结果如下。

表 3-3 小分子醇和酸标准溶液的线性参数表

峰号	物质名称	线性浓度范围	线性相关系数 (R)	线性方程
1	甲酸	0.01%~1%	0.9998	$y = 5328x - 4.816$
2	乙酸	0.01%~1%	0.9997	$y = 7101x - 13.93$
3	甲醇	0.01%~1%	0.9995	$y = 1585x + 12.73$
4	乙醇	0.01%~1%	0.9997	$y = 4788x - 12.17$
5	异丙醇	0.01%~1%	0.9997	$y = 6584x - 15.29$

结果表明，这 5 种小分子醇和酸在 0.01%-1%体积浓度范围内，仪器检测具有良好的线性相关性。

3.2.3 最小检出限

以 3 倍信噪比为仪器的检出限，分别得到示差折光检测器及紫外-可见检测器上小分子醇和酸的检出限如下：

表3-4 小分子醇和酸检出限（示差折光检测器）

检出限	甲醇	乙醇	甲酸	乙酸	异丙醇
仪器检出限 (mol/L)	3.38×10^{-4}	1.38×10^{-4}	1.15×10^{-4}	7.04×10^{-5}	8.40×10^{-5}

表3-5 小分子醇和酸检出限(紫外-可见检测器)

检出限	甲酸	乙酸
仪器检出限 (mol/L)	1.52×10^{-5}	2.05×10^{-5}

3.2.4 实际样品分析

按照上述方法对实际样品进行检测，分析结果如下：

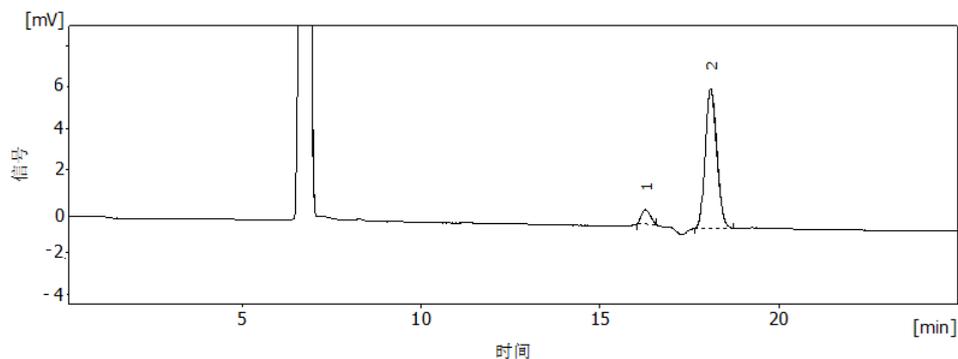


图 3-3 样品分析色谱图(PH=2.0, 示差折光检测器)

表 3-6 样品色谱参数(PH=2.0, 示差折光检测器)

峰号	物质名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.min)	分离度
1	甲醇	16.28	12.22	---
2	乙醇	18.02	151.36	3.37

3.3 结论

依利特仪器推出的小分子醇和酸分析解决方案，具有仪器系统线性良好，分析速度快，结果准确、方法简单等优点，满足高校、科研机构等对 CO₂ 还原产物的分析要求。

第4章 小分子醇、酸、醛检测

4.1 溶液配制

(1) 称取 10g KHCO_3 固体于烧杯中，加水超声溶解后，转移至 1000mL 容量瓶中，定容至刻度线，配成 0.1mol/L 的 KHCO_3 溶液。

(2) 标准品配制：用移液枪分别移取 100 μL 甲醇、乙醇、甲酸、乙酸、丙酸、甲醛、乙醛分别置于标号为 1~7 号的 10mL 容量瓶中，缓慢滴加 0.1mol/L 的 KHCO_3 溶液至刻度线，将此容量瓶中溶液转移到烧杯中，用玻璃棒搅拌至无气泡，缓慢滴加硫酸溶液，pH 调至 2.50 左右。制成单标溶液。

(3) 混合标准品配制：分别移取各单标溶液适量，等量混合均匀，备用。

(4) 样品处理：将样品使用硫酸调 pH 到 2.5 左右，备用。

4.2 实验结果

4.2.1 典型分离谱图

按照 4.1 所述方法，对醇、酸、醛的混合标准品进样分析，所得结果如下：

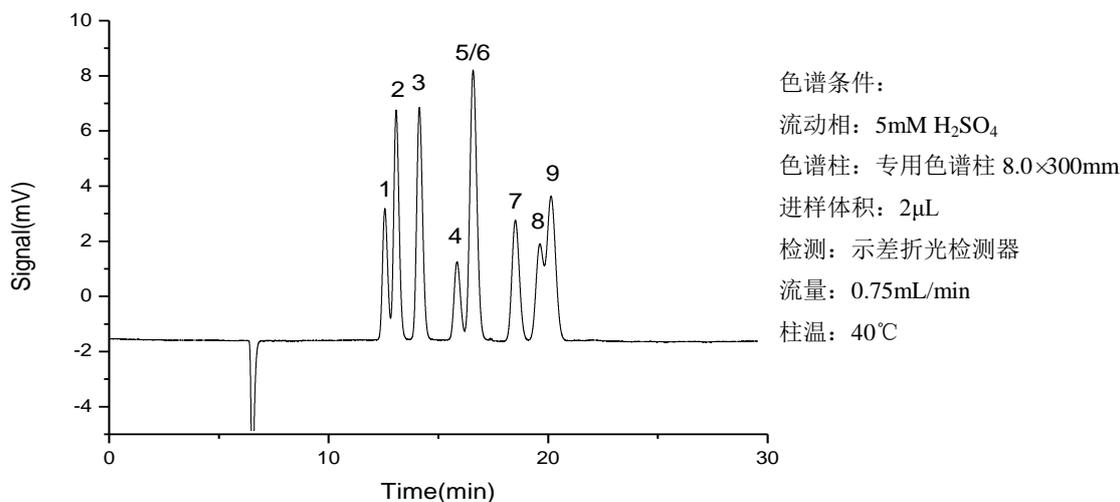


图 4-1 小分子醇、酸、醛标准品分析色谱图

表 4-1 小分子醇、酸、醛标准品谱图参数

编号	名称	保留时间 (min)	分离度
1	甲醛	12.56	-
2	甲酸	13.08	1.16
3	乙酸	14.13	2.22
4	乙醛	15.85	3.29
5	丙酸	16.58	1.29
6	甲醇	16.58	-
7	乙醇	18.51	3.14
8	丙醛	19.62	1.69
9	异丙醇	20.13	0.64

4.2.2 不同温度下的分析结果

为了对实验条件进行优化，在 40℃、50℃、60℃、70℃、90℃ 分别进样实验，所得结果如下：

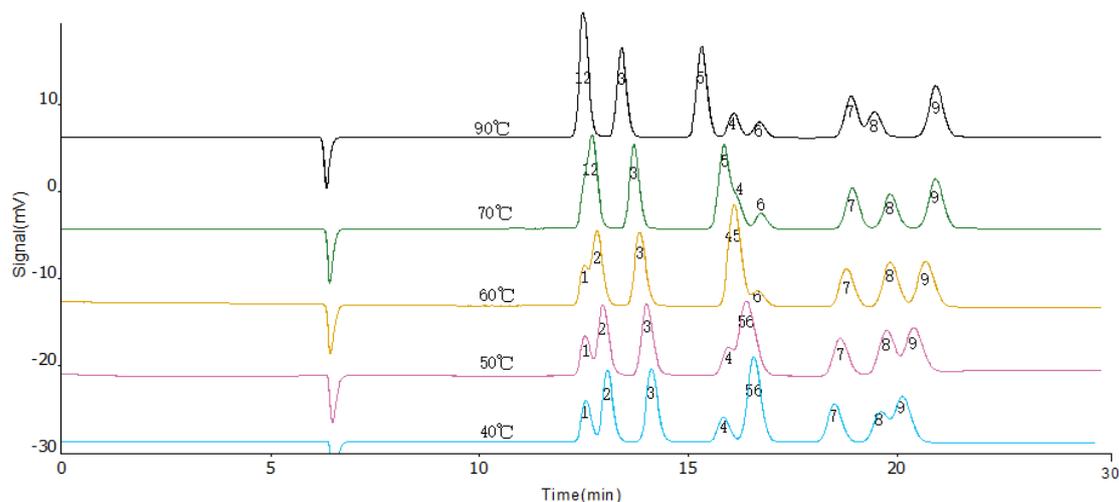


图 4-2 小分子醇、酸、醛标准品不同温度分析色谱图

表 4-2 小分子醇、酸、醛标准品不同温度下谱图参数

序号	名称	40℃		50℃		60℃		70℃		90℃	
		保留时间(min)	分离度								
1	甲醛	12.56	-	12.52	-	12.52	-	12.71	-	12.50	-
2	甲酸	13.08	1.16	12.94	0.81	12.81	0.64	12.71	-	12.50	-
3	乙酸	14.13	2.22	13.98	2.06	13.84	1.96	13.71	2.00	13.41	2.26
4	乙醛	15.85	3.29	16.07	4.59	16.11	4.22	16.18	0.65	16.09	1.57
5	丙酸	16.58	1.29	16.33	0.44	16.11	-	15.86	4.26	15.34	4.39
6	甲醇	16.58	-	16.33	-	16.66	0.95	16.75	1.21	16.72	1.20
7	乙醇	18.51	3.14	18.66	3.12	18.80	3.39	18.93	3.96	18.91	3.91
8	丙醛	19.62	1.69	19.77	1.55	19.84	1.53	19.84	1.50	19.47	0.92
9	异丙醇	20.13	0.64	20.44	0.87	20.68	1.15	20.92	1.68	20.93	2.32

由以上结果可知，小分子醇、酸、醛的分离情况随着温度改变而改变，用户可以根据自身检测需求，选择特定温度进行实验，从而达到测定某种或者某几种小分子醇、酸、醛含量的目的。

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达广场 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房
电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610
电话：18842681865