

毛细管柱气相色谱法测定酒中甲醇的含量

李志鲲 彭清涛 胡文祥

(总装备部军事医学研究所 北京 100101)

摘要 本文采用气相色谱法测定酒中的甲醇, 色谱柱为 HP-INNOWax 毛细管柱 (30m×0.32mm ×0.25 μm), 进样分流比 20:1。得到线性回归方程为 $Y=250.11X-13.03$, 相关系数 $r=0.9978$ 。方法操作简便、快速, 能满足检测饮用酒中甲醇含量的要求。

关键词 甲醇 毛细管柱气相色谱 酒

0 前言

甲醇的毒性极强, 具有明显麻醉作用, 可引起脑水肿, 对视神经及视网膜有特殊选择作用, 引起视神经萎缩, 严重者会导致双目失明。摄取 5g 就会使人体严重中毒, 饮用量超过 12.5g, 就可能致人人体死亡。市场上销售的各种劣质白酒中含大量的甲醇, 由饮酒而造成人员甲醇中毒的事件时常见诸报端, 所以建立有效的酒中甲醇分析方法十分必要。我们实验室应客户的要求, 建立起酒中甲醇的毛细管柱气相色谱分析方法, 并应用该方法对某品牌白酒样品进行了测定。

1 实验部分

1.1 仪器及药品

HP 6890N 气相色谱仪, FID 检测器, Agilent 6890 化学工作站, 注射式一次性微孔滤过滤器, 色谱纯甲醇 (北京化工厂), 色谱纯乙醇 (北京化工厂)。

2.2 色谱条件

HP-INNOWax 色谱柱 30m×0.32mm ×0.25 μm, 载气为氮气, 流速为 1.5mL/min 恒流, 进样口温度 220℃, 柱温 50℃~190℃ (50℃保持 4min, 以 20℃/min 升温至 190℃, 保持 2min), 检测器温度 280℃。进样量 1 μL, 分流比 20:1。白酒样品经过滤处理后直接进样。

1.3 线性关系及检测限

准确吸取 $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 甲醇标准溶液 1, 2, 4, 6, 8mL, 分别置于 5 个 10 mL 容量瓶中, 用乙醇稀释到刻度, 此序列标样每毫升含甲醇为 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, $4.0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 各取 1 μL 进样 3 次 (见图 1)。以甲醇平均峰面积做纵坐标, 以相应的甲醇浓度为横坐标作图 (见图 2)。实验结果表明, 在本色谱条件下, 甲醇在 $0.5 \sim 4.0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内呈线性, 线性回归方程为

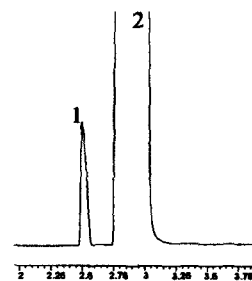


图 1 甲醇标准样品色谱图
1. 甲醇 2. 乙醇

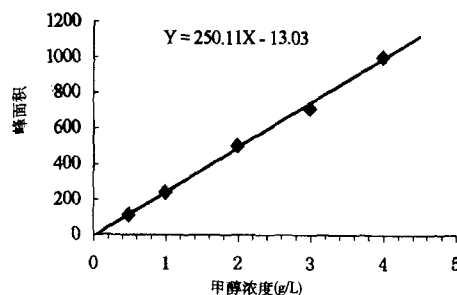


图 2 甲醇标准曲线

$Y=250.11X-13.03$, 相关系数 $r=0.9978$ 。以信噪比为 2 计算, 检测限为 0.40 mg/L 。

1.4 精密度和回收率

按照上述色谱条件, 对同一浓度的甲醇重复测定 6 次, 测得 $RSD=0.43\%$ 。在已准确测得含量的实际样品中加入对照甲醇 0.2g, 测得甲醇的回收率为 98.4%。

2 结果与讨论

从甲醇标准样品的测定结果来看, 甲醇的分离良好, 经计算与乙醇的分离度大于 2, 峰形对称。从白酒样品的色谱图 (见图 3) 来看, 酒中乙酸乙酯的色谱峰和甲醇的色谱峰有部分重叠, 但这并不影响定量测定, 我们可通过在积分时选择适当的峰分割方式来获得准确的测定结果。

(上转第 33 页)

表 4 MFR 值与多分散指数 β 的关系

釜号	生产日期	MFR/g10min	MFR/g10min	β
		2.16kg/230℃	5.00kg/230℃	
339	01.8.17	4.4	23.3	5.3
341	01.8.17	1.0	7.6	7.6
532	01.8.17	1.0	4.4	4.4
715	01.8.17	2.3	12.4	5.4

多分散指数 β 越大,说明分子量分布越宽。对于聚丙烯而言,在相同的熔体流动速率下的两个试样,分子量分布宽的,流动性好,易于成型加工,但制品的机械性能下降。反之亦然。

4 结束语

综合上述,对于聚丙烯,其熔体流动速率小,分子量大,熔体粘度大,流动性差。而熔体流动速率大,分子量就小,熔体粘度变小,加工时流动性好一些。因此,熔体流动速率是聚丙烯成型加工的一项重要

指标,在工业上经常用来表示熔体粘度的相对数值。

值得注意的是,熔体粘稠的聚丙烯属于非牛顿流体,即粘度与剪切应力或剪切速率有关。随着剪切应力或剪切速率的变化,粘度也发生变化。通常剪切速率增大,粘度反而变小,只有在低的剪切速率下才比较接近于牛顿流体。因此从熔体流动速率测定仪上得到的流动性能数据,是在低剪切速率的情况下获得的,而实际成型加工过程往往是在较高的剪切速率的情况下进行。所以必须结合聚丙烯熔体流动速率与熔体粘度、分子量及分子量分布等因素,熔体流动速率才变得有较大的实际意义。

参考文献

- 1 高聚物的结构与性能,浙江大学,第六章第 3 页
- 2 高聚物的结构与性能,浙江大学,第十章第 1 页
- 3 高分子物理实验,北京大学,134
- 4 高分子物理实验,北京大学,134
- 5 吴和融编. 高分子物理,华东化工学院,第 1 章第 4 节第 1 页
- 6 高分子结构与性能,浙江大学,第十章第 4 页

Melt flow rate (MFR) determination of polypropylene(PP) and study on its relationship parameters

Xia Wenbing

(Anqing Refinery of Examining Center, Anqing 246001)

Abstract This paper covers how to determine PP MFR and the quantitative relationship such as MFR, melt viscosity, molecular weight and molecular-weight distribution was discussed. It is actual importance to selection of PP processing.

Key words Polypropylene Melt Flow rate Viscosity Molecular weight Shear rate

(下接第 34 页)

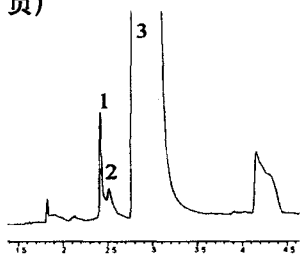


图 3 白酒样品色谱图
1.乙酸乙酯 2.甲醇 3.乙醇

由方法学考察结果可见,本法精密度高,重现

性及线性关系好,回收率令人满意,故认为本方法简便、准确是可行的,可作为酒类饮料中甲醇含量的测定方法。采用本方法对白酒样品进行测定,其中甲醇含量为 0.06g/L,符合国家标准。

参考文献

- 1 俞惟乐,欧庆瑜等. 毛细管气相色谱和分离分析新技术. 北京:科学出版社,1999.
- 2 惠普公司. 化学分析手册,1998(内部)

Analysis of methanol in alcohol by capillary gas chromatography

Li Zhikun Peng Qingtao Hu Wenxiang

(Institute of Military Medicine, Headquarters of General Equipment, Beijing 100101)

Abstract A high performance gas chromatography method with FID for measuring methanol in alcohol is presented in the paper. Chromatography was performed on a HP-innowax capillary column. The calibration curve was linear within the range of 0.05~0.40mg/L. Regression equation: $Y=250.11X-13.03$, $r=0.9978$. The recovery we have detected is 98.4%. Conclusion: this method is simple, accurate and convenient.

Key words Capillary column gas chromatography Methanol Alcohol