

凝胶消毒剂里的乙醇含量测定

陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 凝胶消毒剂里的乙醇含量测定。

关键词: 气相色谱法; 检测方法; 凝胶消毒剂乙醇含量

1 检测方法

参考标准《GB26373-2010 乙醇消毒剂卫生标准》。

2 仪器及材料

- GC9790Plus 气相色谱仪
- 反控色谱工作站
- 中等极性毛细柱
- 10uL 注射器

3 标样及样品配制

3.1 标准系列溶液配制

3.1.1 第一级标准溶液 (2% (V/V) 乙醇溶液): 准确移取乙醇 0.2mL,加水 9.8mL, 摇匀, 待测

3.1.2 第二级标准溶液 (1% (V/V) 乙醇溶液): 准确一级标准溶液 (3.1.1) 0.5mL,加水 0.5mL, 摇匀, 待测

3.1.3 第三级标准溶液 (0.5% (V/V) 乙醇溶液): 准确一级标准溶液 (3.1.2) 0.5mL,加水 0.5mL,摇匀, 待测

3.1.4 第四级标准溶液 (0.3% (V/V) 乙醇溶液): 准确一级标准溶液 (3.1.3) 0.6mL,加水 0.4mL, 摇匀, 待测

3.1.5 第四级标准溶液 (0.2% (V/V) 乙醇溶液): 准确一级标准溶液 (3.1.4) 0.6mL,加水 0.3mL 摇匀, 待测

3.1.6 第四级标准溶液 (0.1% (V/V) 乙醇溶液): 准确一级标准溶液 (3.1.5) 0.5mL,加水 0.5mL,摇匀, 待测

3.2 样品配制

3.2.1 称取样品 0.1016g,于 10mL 容量瓶中,加水定容至刻度,待进样。

3.3 样品密度计算

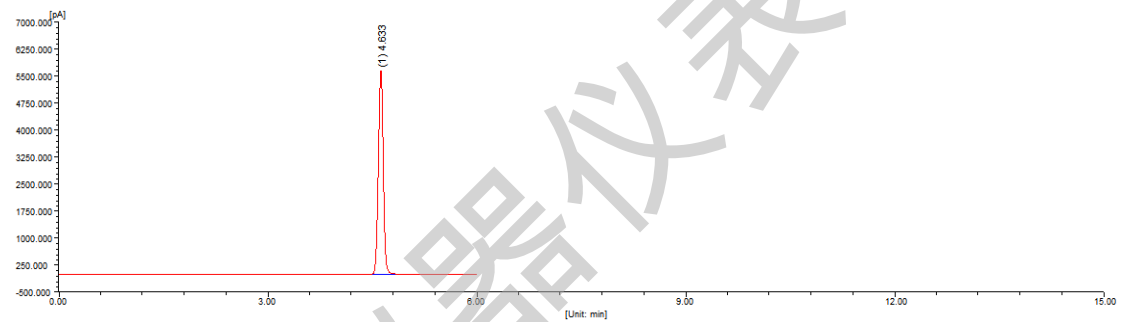
3.3.1 用样品定容至 10mL 容量瓶,并准确称取质量为 8.6558g,计算得样品的密度为 0.86558g/mL。

4 实验

4.1 色谱条件

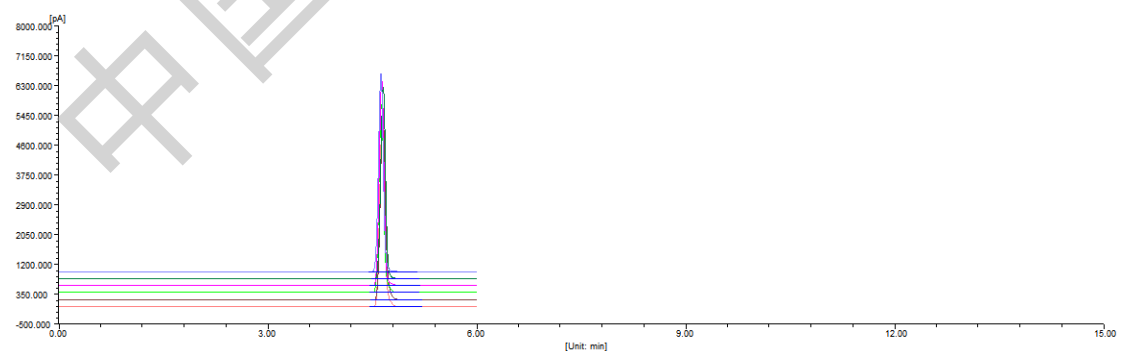
仪器: 福立气相色谱仪(GC-9790Plus)	COL: 60°C
检测器: 宽量程 FID 氢火焰检测器	INJ: 250°C DET: 210°C
色谱柱: RB-624/30m*0.53mm*3.0um	进样量: 1.0 ul(溶剂:水)
载气: N2 恒流: 3.0mL/min, 分流比: 2:1	定量方法: 外标法

① 标样典型谱图及分析结果 (1%乙醇的标样)



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	乙醇	4.633	0.076	5658484.9	27711384.9	100.0000	100.0000
总计:				5658484.9	27711384.9	100.0000	100.0000

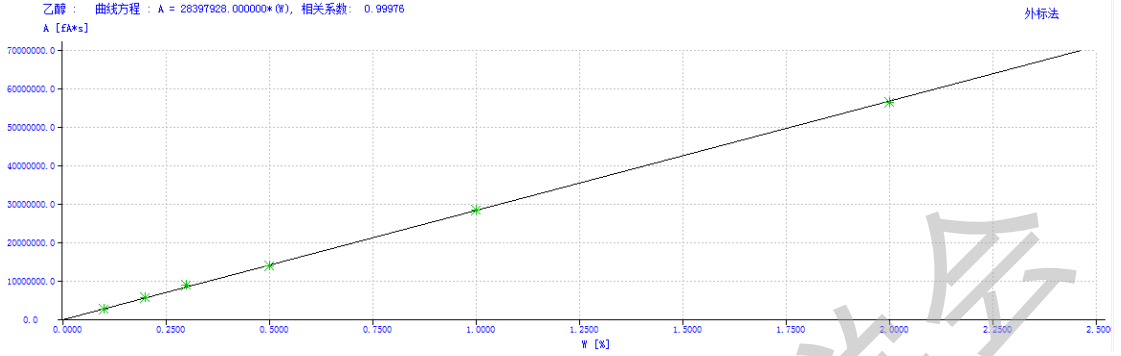
② 标样重复性谱图及分析结果 (1%乙醇的标样)



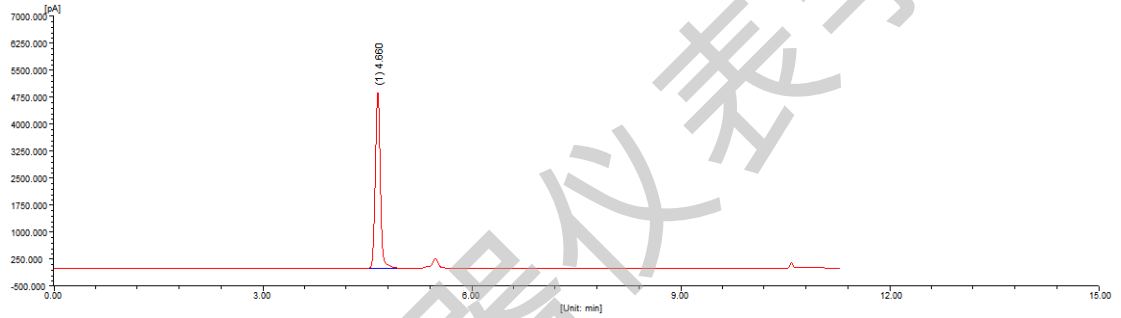
序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	乙醇	4.649	0.266	27601986.7	2.2775	5498107.4	4.1830	100.0000	0.0000	6

③标准曲线

序号	谱图文件	面积A	浓度C	纯度W	偏差%
1	乙醇标样0.1手RB-624-1-0326-0842.C\N	2895950.750	0.1000	0.1000	1.9775
2	乙醇标样0.2手RB-624-1-0326-1021.C\N	5895607.000	0.2000	0.2000	3.8035
3	乙醇标样0.3手RB-624-1-0326-1033.C\N	9102688.000	0.3000	0.3000	6.8469
4	乙醇标样0.5手RB-624-1-0326-1133.C\N	14154088.000	0.5000	0.5000	-0.3161
5	乙醇标样1.0手RB-624-1-0326-1212.C\N	28623740.000	1.0000	1.0000	0.7952
6	乙醇标样2.0手RB-624-1-0326-1417.C\N	56582260.000	2.0000	2.0000	-0.3761



④样品典型谱图及连续 2 针分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	乙醇	4.660	0.076	4878125.5	24456053.5	100.0000	73.3563
				总计:	4878125.5	24456053.5	100.0000
1	乙醇	4.658	0.076	4729673.8	24233655.4	100.0000	72.6892
				总计:	4729673.8	24233655.4	100.0000

2 针样品极差 $73.3563\% - 72.6892\% = 0.6671\% < \text{两针平均值的 } 5\% (3.65\%)$, 符合国标要求。