

FT-IR Spectroscopy

作者

Ben Perston

Joe Baldwin

PerkinElmer, Inc.

Shelton, CT 06484 USA

使用Spectrum Two FT-IR光谱仪 分析生物乙醇中 的杂质



图1 Spectrum Two FT-IR光谱仪

引言

伴随着可持续能源的全球性需求的增长,生物能源的应用不断增加。目前最主要的生物能源是生物柴油(通过植物与动物油和脂肪的酯基交换反应获得)和生物乙醇。生物乙醇一般通过糖、淀粉以及纤维素的发酵获得,这些原料来自于玉米、甘蔗、小麦和甜菜等各种农作物。

发酵产物是包含乙醇和其他副产品的复杂混合物,需经过蒸馏将乙醇分离出来。乙醇的燃烧性能取决于其纯度。因此ASTM® D4806和EN 15376等国际标准对燃料乙醇中杂质的含量作出限制,并且规定了检测方法。目前规定使用的检测方法色谱和滴定方法,试验非常耗时,FT-IR等光谱技术所能提供的快速检测方法将是很有吸引力的替代方法。

本报告的研究结果表明,Spectrum Two™ FT-IR光谱仪(图1)可以用于建立定量分析方法,其灵敏度完全可以满足甲醇、水、C3-C5醇和汽油变性剂的检测限要求,而且每个样品所需要的分析时间不到两分钟。

实验部分

使用乙醇和水(0–1% m)、甲醇(0–1% m)、正丙醇(0–1.7% m)、正丁醇(0–1.7% m)、正戊醇(0–1.7% m)和汽油(0–7% m)组成的60个混合物样本进行方法可行性研究。实验设计考虑了各种成分的不同含量水平, 以及两因子相互作用; 更复杂的相互作用没有考虑在内。

红外光谱测量使用PerkinElmer Spectrum Two™ FT-IR光谱仪, 氟化钡窗口的0.1 mm液体流动池。流动池可以快速注入样品并排除废弃物, 每个样品的分析时间约两分钟。

结果和讨论

图2所示为一些典型的样本红外光谱。由于光程比较长, 乙醇的强吸收峰达到了饱和。在整个光谱区域都可以看到明显的杂质弱吸收峰。由于存在多种杂质, 吸收峰发生重叠, 难以使用单个吸收峰建立定量校正模型。

使用Spectrum Quant+软件建立各种成分交叉验证全光谱主成分回归(PCR)模型。使用软件的默认参数设置, 不需要任何手动更改, 即可获得很好的结果。图3所示为交叉验证的结果。

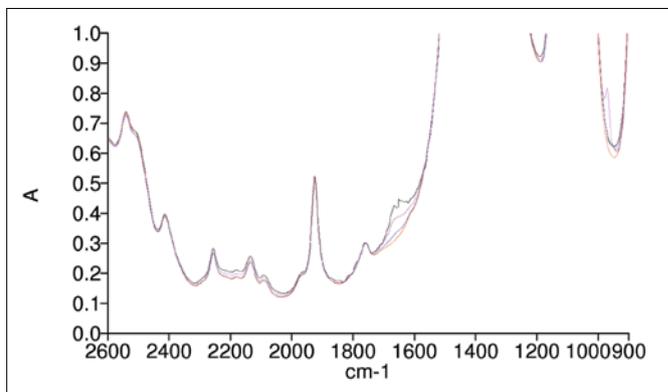


图2 含有杂质的乙醇样本的典型红外光谱

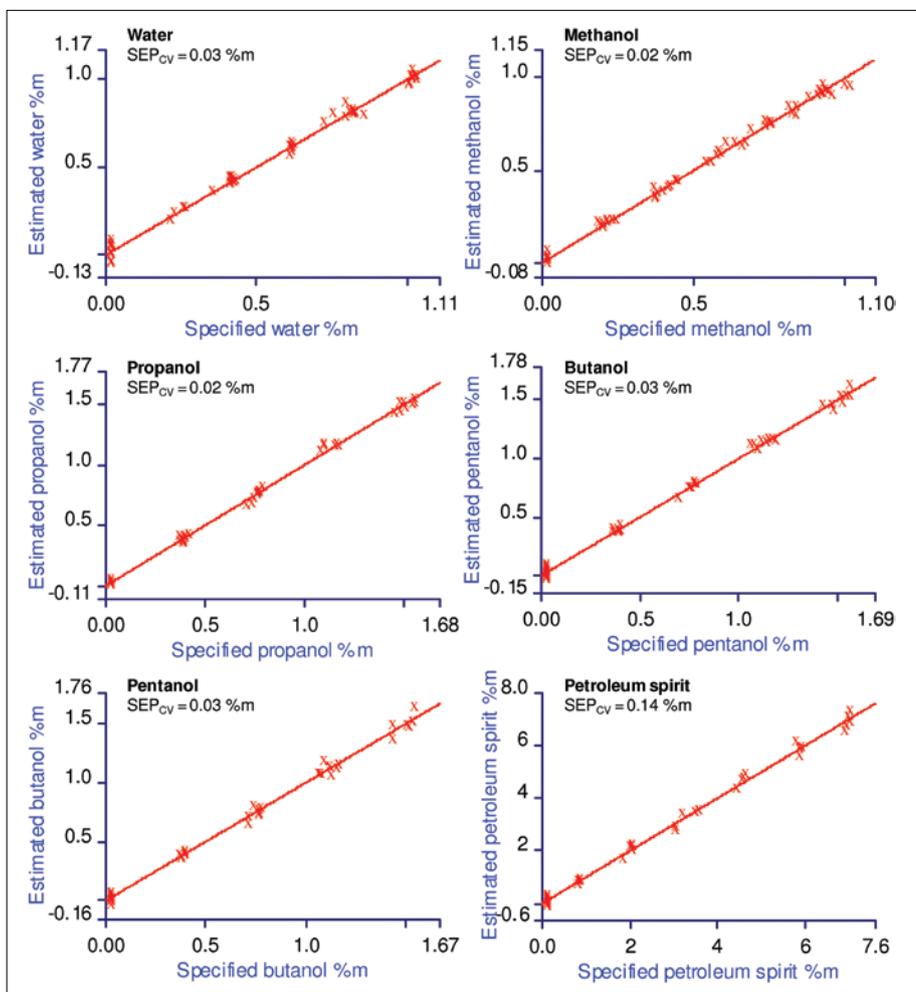


图3 乙醇中杂质定量分析模型的交叉验证图

结论

以5倍的预测标准差 (SEP) 做为检测限, 与杂质的最高允许含量比较 (表1), FT-IR分析方法可行。所有杂质的检测限都远低于ASTM® D4806和EN 15376标准所规定的含量限制。而且可以在两分钟时间的测试内同时检测所有的杂质。

Spectrum Two仪器的设计理念中包含了高要求的定量分析应用, 并且集合了优异的灵敏度、紧凑耐用的仪器构造与功能齐全的软件。专利的AVI™技术可以使用“Virtual”的参考标准对各台仪器的波数和线形进行标准化, 极大降低了不同仪器之间的数据差异。在很多

情况下, 单一的校正模型可以共用于多台仪器, 无需复杂的校正模型转移过程。

该方法的可行性已经得到了验证, 需要说明的是, 在实际应用过程中, 样本间的变动可能更大。例如, 其他的C3-C5醇可能存在, 可能用作改性剂的汽油本身就是高度变动的混合物。因此, 该方法的实际应用需要细心建立和维护基于经过准确表征的有代表性的实际样本的校正模型。

表1 乙醇中的杂质: 最高含量限制与FT-IR检测限的比较

Parameter	ASTM® D4806	EN 15376	FT-IR LOD (5xSEP)
Water	1.0% v (1.3% m)	0.3% m	0.15% m
Methanol	0.5% v (0.5% m)	1.0% m	0.12% m
C ₃ -C ₅ alcohols	N/A	2.0% m	0.48% m
Gasoline (denaturant)	1.96-5.0% v (~2-5% m)	N/A	0.7% m

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器 (上海) 有限公司

地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编: 201203

电话: 800 820 5046 或 021-38769510

传真: 021-50791316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。