

傅里叶红外光谱仪和衰减全反射附件测定生物柴油含量

FTIR-022

摘要：建立了傅里叶红外衰减全反射测定生物柴油(FAME)含量的方法。FAME的线性范围为0~176 g/L，线性相关系数达0.999，检出限为0.485 g/L，定量下限为1.62 g/L，回收率为92.7%。

关键词：脂肪酸甲酯 红外 衰减全反射 含量

在能源短缺问题日益突出的今天，生物柴油(脂肪酸甲酯，FAME)作为可再生的新能源，获得了广泛的关注。FAME是由植物和动物脂肪经与甲醇酯交换反应，再与丙三醇分离得到的，其流动性和燃烧性质与柴油接近，可供大多数柴油机使用。

FAME可以直接用作燃料驱动柴油机，与普通柴油相比，不含硫和芳香化合物，微粒减少70%，氮氧化物排放少，绿色环保；此外，FAME还可以作为柴油添加剂，燃料在柴油机中还起到润滑的作用，而法规对柴油中硫的含量的限定值越来越低，导致柴油的润滑性能大幅降低，而FAME添加量只须2% v/v的柴油便可恢复其润滑性能。

在FAME的生产和分销环节都需要对FAME的含量进行测定以控制质量和核查作为添加剂含量是否与标牌一致。国标《中间馏分油中脂肪酸甲酯含量的测定》(GB/T 23801-2009)使用样品池进行测定，样品更换不便，而且当使用0.5 mm光程的样品池时，浓度大于10 g/L就需稀释，本文使用衰减全反射方法对FAME进行定量分析，操作简单，对于浓度小于176 g/L的样品可无需稀释直接定量。

实验部分

1.1 仪器配置

IRAffinity_1

ATR_8200H衰减全反射附件

IRsolution软件

1.2 实验条件

分辨率：8 cm⁻¹

变迹法：Happ-Genzel

扫描次数：20次

检测器：DLATGS

测定结果

2.1 标准曲线

取标准品，用环己烷所溶剂稀释得到浓度为0 g/L，8.8 g/L，44 g/L，88 g/L和176 g/L的标准系列溶液，分别测得各溶液谱图。

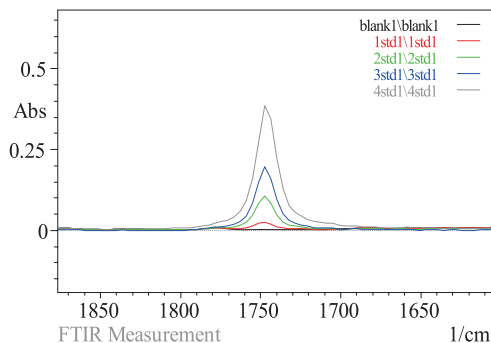


图1 定量峰轮廓图

如图1所示，使用1855~1635cm⁻¹的校正峰高进行定量，以浓度为横坐标，校正峰高为纵坐标，绘制工作曲线，如图2所示，标准曲线线性为0.999。

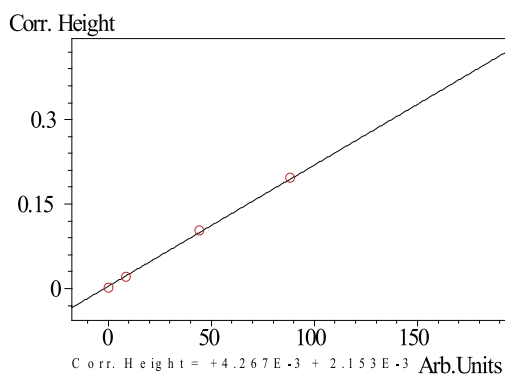


图2 工作曲线图

表1 标准表

Spectrum	Conc.(g/L)	Peak height
blank	0.0	0.002
std1	8.8	0.021
std2	44.0	0.104
std3	88.0	0.196
std4	176.0	0.381

2.2 检出限和定量下限

以环己烷为空白，连续测定10次，结果如表2所示，标准偏差为0.0003，以3倍SD对应的浓度为检出限，10倍SD对应的浓度为定量下限，则本方法的检出限为0.485 g/L，定量下限为1.62 g/L。

结论

使用衰减全反射方法测定FAME含量，线性范围为0~176 g/L，线性相关系数达0.999，检出限为0.485 g/L，定量下限为1.62 g/L，回收率为92.7%，与国标相比，测定过程更为简单，测定范围更宽，对于浓度小于176 g/L的样品可无需稀释直接定量。

表2 10次测定结果

序号	吸光度
1	0.0017
2	0.0007
3	0.0016
4	0.0008
5	0.0008
6	0.0010
7	0.0009
8	0.0009
9	0.0010
10	0.0009

2.3 方法的回收率

取市售柴油，加标前后测定，加标浓度为88 g/L，结果如表3所示，回收率为92.7%。

表3 加标前后浓度

样品	浓度
加标前	16.0903
加标后	97.6386