

傅里叶变换红外衰减全反射法测定柴油中脂肪酸甲酯含量

FTIR-038

摘要: 本文建立了傅里叶变换红外衰减全反射法测定柴油中脂肪酸甲酯含量的方法。该方法在低浓度 0~12.2 g/L (体积分数约 0~1.39%) 范围内线性关系良好, 线性相关系数为 0.998, 方法检出限为 0.77 g/L, 精密度为 RSD=5.19%, 回收率为 90~112%。

关键词: 傅里叶变换红外 衰减全反射法 柴油 脂肪酸甲酯 含量

生物柴油 (脂肪酸甲酯, FAME) 作为绿色环保的替代燃料, 是近年来世界能源领域的一个发展热点。它可以作为柴油添加剂, 将生物柴油以低比例与常规矿物柴油调合, 可以有效地提高生物柴油调合燃料的十六烷值、润滑性能, 并改善其尾气排放; 但生物柴油掺合比例提高至一定体积分数时, 则有可能带来喷油系统堵塞、发动机沉积等问题。目前 GB/T 23801-2009《柴油机燃料中生物柴油 (脂肪酸甲酯) 含量的测定 红外光谱法》标准将测定范围限定为 1.7~22.7% (体积分数), 主要是要保证方法的精密度。该方法同样适用 FAME 低于 1.7% (体积分数) 或高于 22.7% (体积分数) 的样品, 但理论上的精密度会有所不同。GB 19147-2009《车用柴油》标准明确要求采用 GB/T 23801-2009 标准测定脂肪酸甲酯的体积分数, 且限值要求为不大于 0.5% (体积分数, 4.3 g/L 左右)。远低于标准适用范围的下限 1.7%

(体积分数)。因此, 未来有必要将 GB/T 23801-2009 标准的适用范围进一步拓宽, 至少要涵盖 FAME 为 0.5% (体积分数) 的情况。

目前 GB/T 23801-2009《中间馏分油中脂肪酸甲酯含量的测定》规定使用红外及液体池进行测定, 该方法中液体池装配麻烦, 不易清洗, 容易引起交叉污染, 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, 测试过程繁琐且样品中的杂质可能会起较大的吸收干扰。本文使用衰减全反射方法对脂肪酸甲酯进行定量分析, 测试时只需将液体样品滴在 ATR 晶体上, 同现行的国标方法先比, 该方法操作简单、清洗和测试方便且不容易引起交叉污染, 测试样品过程中不需要稀释且干扰小, 浓度在 1.7% (体积分数) 以下线性关系良好, 是一种快速简便测定柴油中脂肪酸甲酯含量的方法。

实验部分

分析仪器: IRAffinity_1
附件: ATR_8200H 衰减全反射附件
软件: IRsolution 软件
波长范围: 4000 ~ 650 cm^{-1}
分辨率: 4 cm^{-1} 扫描次数: 20
切趾函数: Happ-Genzel
检测器: DLATGS

测定结果

2.1 标准曲线

取标准品, 分别使用环己烷稀释得到浓度为 0.00、1.70、3.93、7.87、11.8 和 12.2 g/L 的标准系列溶液, 如表 1 所示, 测定结果如图 1。

表1 工作曲线标准表

No.	浓度(g/L)	峰高(Abs)
1	0.00	0.001
2	1.70	0.004
3	3.93	0.009
4	7.87	0.019
5	11.8	0.028
6	12.2	0.031

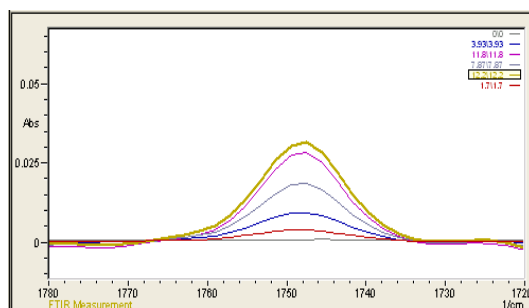


图1 定量峰轮廓图

如图1所示,在 $1855\sim 1635\text{cm}^{-1}$ 范围内,以 1747cm^{-1} 波数处峰高作为定量依据,以浓度为横坐标,校正峰高为纵坐标,绘制工作曲线,相关系数为0.998,如图2所示。

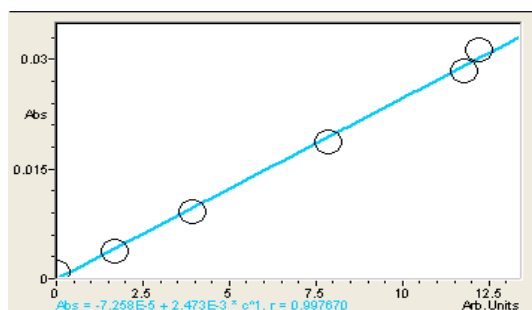


图2 工作曲线图

2.2 样品测试

测得1#和2#柴油样品中脂肪酸甲酯结果分别为未检出和60.9 g/L。

2.3 检出限

以环己烷为空白,连续测定10次,得到标准偏差SD为0.000675,以3倍SD对应的浓度为检出限,检出限为0.77 g/L。

2.4 精密度

4#标样重复测试6次,得到的RSD%为5.19%。

2.4 回收率

在1#样品中分别加入浓度为5 g/L和10.8 g/L的标样,同法测定结果分别为4.8 g/L和12.1 g/L,计算回收率分别为90%和112%。

■ 结论

本文使用傅里叶变换红外衰减全反射方法测定柴油中脂肪酸甲酯含量,在0~12.2 g/L范围内线性关系良好,线性相关系数为0.998,方法检出限为0.77 g/L,精密度RSD=5.19%,回收率为90%~112%。同现行的国标方法相比,该方法清洗和操作方便,不容易引起交叉污染,测试样品过程中不需要稀释且干扰小,浓度在1.7% (体积分数)以下线性关系良好,是一种快速简便测定柴油中脂肪酸甲酯含量的方法。