



中华人民共和国国家标准

GB/T 23801—2009

中间馏分油中脂肪酸甲酯含量的测定 红外光谱法

Determination of fatty acid methyl esters (FAME) in middle distillates
by infrared spectroscopy method

2009-05-18 发布

2009-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
中间馏分油中脂肪酸甲酯含量的测定
红外光谱法
GB/T 23801—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2009年8月第一版 2009年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38266 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准修改采用欧洲标准 EN 14078:2003《液体石油产品——中间馏分油中脂肪酸甲酯(FAME)含量的测定——红外光谱法》。

本标准根据 EN 14078:2003 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 EN 14078:2003 时进行了修改。本标准与 EN 14078:2003 的主要技术差异是:

——本标准将方法适用范围修改为“本标准规定了采用红外光谱法测定柴油机燃料中脂肪酸甲酯(FAME)体积分数的方法,测定范围为 FAME 体积分数约为 1.7%~22.7%。对 FAME 含量超过所规定范围的样品及其他中间馏分油样品,也可采用本方法进行测定,但其精密度未经验证”。

——本标准引用标准采用我国相应的国家标准。

——本标准增加了校准用 FAME 中“甲酯质量分数(按 EN 14103:2003 方法测定)大于或等于 96.5%的 FAME;或色谱纯油酸甲酯”的限定。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:李率、蒯建民、张永光。

本标准为首次发布。

中间馏分油中脂肪酸甲酯含量的测定 红外光谱法

1 范围

1.1 本标准规定了采用红外光谱法测定柴油机燃料中脂肪酸甲酯(FAME)体积分数的方法,测定范围为 FAME 体积分数约为 1.7%~22.7%。对 FAME 含量超过所规定范围的样品及其他中间馏分油样品,也可采用本方法进行测定,但其精密度未经验证。

1.2 本标准经证实适用于含有符合 GB/T 20828 要求的 FAME 样品。为得到可靠的定量数据,样品中应不含有显著量的其他干扰组分,尤其是酯类。这部分干扰组分在定量分析 FAME 时所用的光谱区中有吸收,能够使此方法得到的数据值偏大。

注 1:如怀疑样品中有干扰组分存在,建议记录全部红外光谱图,并将其与含有已知 FAME 组分的样品谱图进行比对。

注 2:单位 g/L 在体积分数的换算中,FAME 密度采用固定值 880.0 kg/m³。

1.3 本标准的使用可能包括具有危险性的材料、操作和仪器。本标准没有给出与其使用有关的所有安全问题的说明。本标准的使用者有责任在使用前建立适当的安全保健措施,并确定相关规章限制的适用性。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

GB/T 20828 柴油机燃料调合用生物柴油(BD100)

EN 14103:2003 油脂衍生物——脂肪酸甲酯(FAME)中甲酯含量和亚麻酸甲酯含量测定法

3 方法概要

将试样用环己烷稀释到合适浓度,记录所测定的中红外吸收谱图。测量其在约 1 745 cm⁻¹ ± 5 cm⁻¹ 处的典型酯类吸收带的最大峰值吸收。并通过由已知 FAME 浓度的标准溶液得到的校准公式计算出 FAME 含量。

4 试剂和材料

4.1 校准用 FAME:符合 GB/T 20828 要求且甲酯质量分数(按 EN 14103:2003 方法测定)大于或等于 96.5% 的 FAME;或色谱纯油酸甲酯。

4.2 环己烷:纯度大于 99.5%。

5 仪器

5.1 红外光谱仪:色散或干涉型,波数范围 400 cm⁻¹~4 000 cm⁻¹,吸光度在 0.1~1.1 之间线性吸收,最小精度 4 cm⁻¹。

5.2 样品池:材质为 KBr 或 NaCl 或 CaF₂,具有光程数值。

示例:FAME 质量浓度为 3 g/L(体积分数约为 0.34%)的溶液在使用光程为 0.5 mm 的样品池时,在约 1 745 cm⁻¹ 处吸光度约为 0.4。

6 取样

如产品标准中没有其他说明,取样按 GB/T 4756 进行。

7 试验步骤

7.1 概述

由于 FAME 溶液的黏度影响,清洗测量所用的样品池具有重要意义。应用环己烷反复清洗样品池。通过将其注满环己烷并记录其红外光谱(IR)谱图来检验是否清洗干净。如 IR 谱图与参照的环己烷谱图精确符合,则说明样品池已清洗干净。

7.2 校准

7.2.1 校准溶液的准备

通过将校准用 FAME 称重并置入适当容量瓶中,注入环己烷至刻度线的方式配制一系列(至少五个)已知 FAME 精确浓度的环己烷标准溶液。五个标准溶液的 FAME 浓度应选择在约 $1\,745\text{ cm}^{-1}$ 的最大吸收峰处的吸光度在 $0.1\sim 1.1$ 。

示例:对于光程为 0.5 mm 的样品池,校准溶液为 1 g/L 、 2 g/L 、 4 g/L 、 6 g/L 、 10 g/L 。

校准和测量应选用同样的样品池进行,这十分重要。

7.2.2 谱图测量

本步骤对于校准溶液和试样溶液(见 7.3.2)是相同的。试样溶液或校准溶液注入至样品池中,并以环己烷谱图为背景记录其 IR 谱图。测量在约 $1\,745\text{ cm}^{-1}$ 处的最大峰值吸收的吸光度,基线范围 $1\,670\text{ cm}^{-1}\sim 1\,820\text{ cm}^{-1}$ 。

注:以环己烷谱图为背景进行精确测量操作时应十分认真。环己烷的 IR 吸收带应该进行直接光波补偿(双光束设备)或计算削减(单光束设备)。

7.2.3 校准公式

测定系列 FAME 校准溶液(见 7.2.1)的吸光度,并以吸光度 A 为因变量,以质量浓度 q 为自变量进行线性回归或作图。校准公式见式(1)(计算的标准样品池光程为 1 cm):

$$A/L = aq + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——测定所得吸光度;

L ——所用样品池的光程, cm ;

q ——FAME 质量浓度, g/L ;

a ——回归线的斜率;

b ——回归线在 y 轴的截距。

如回归线的相关系数(R^2)低于 0.99 ,应重复校准程序。

7.3 定量分析

7.3.1 试样准备

含有 FAME 的中间馏分油试样经环己烷适当稀释后再分析。如试样溶液的吸光度没有落在校准吸光度范围内,重新对试样进行更合适的稀释。对于 FAME 质量浓度小于 100 g/L (体积分数 11.4%)的试样,稀释比率最低为 $1:10$ (体积比)。对于 FAME 质量浓度大于 100 g/L (体积分数 11.4%)并且小于 200 g/L (体积分数 22.7%)的试样,稀释比率最低为 $1:20$ (体积比)。

注 1:如试样 FAME 质量浓度高于 200 g/L (体积分数 22.7%),需进行充分稀释使其吸光度在校准所特定的吸光度范围内。

注 2:给定的稀释比率是基于光程为 0.5 mm 的样品池。

7.3.2 谱图测量

谱图测量的操作参照 7.2.2,典型的中红外光谱图见图 1。确保用于试样测量和校准的样品池相同是十分重要的。

由于样品池的清洗非常重要,建议在每个试样之间测定环己烷,通过环己烷的 IR 谱图检验样品池是否清洗干净(见 7.1)。

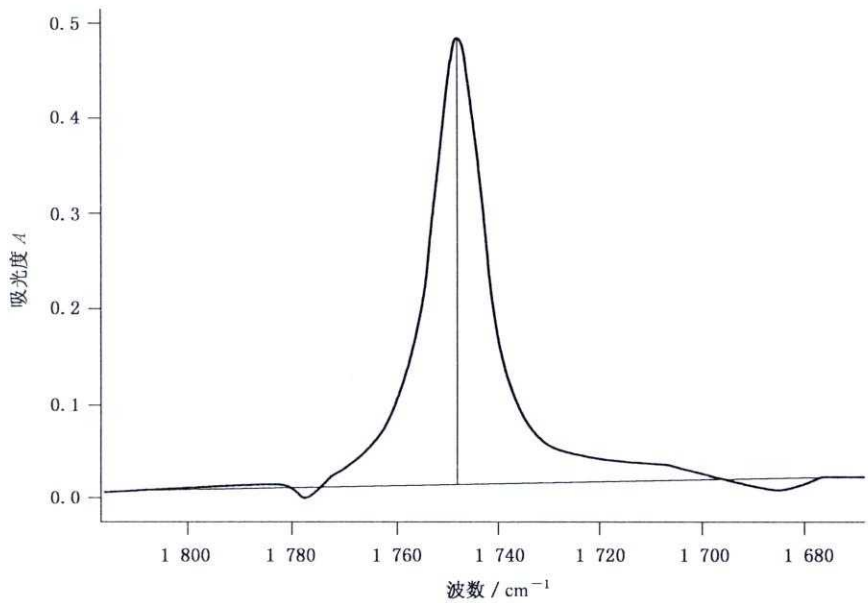


图 1 用环己烷稀释后的柴油机燃料中 FAME 的典型红外光谱图
(样品池 0.5 mm,将 FAME 质量浓度为 44 g/L 的试样按体积比 1 : 10 稀释)

8 计算

用式(2)计算试样中的 FAME 含量(体积分数):

$$\varphi = \frac{X}{a} \left[\frac{A}{L} - b \right] \frac{100}{d} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- φ ——FAME 体积分数,%;
- X ——稀释系数(如 $X=10$ 表示稀释比率 1 : 10);
- a ——回归线的斜率;
- b ——回归线在 y 轴的截距;
- A ——根据 7.3.2 测量的吸光度;
- L ——所用样品池的光程,cm;
- d ——FAME 在 20 °C 的密度, $d=880.0 \text{ kg/m}^3$ 。

9 结果表示

报告试样的 FAME 体积分数,修约至 0.1%。

10 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

10.1 重复性

由同一操作者、采用同一仪器、对同一试样进行重复测定所得到的两个试验结果之差的绝对值不应超过 0.3%。

GB/T 23801—2009

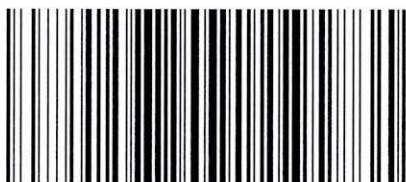
10.2 再现性

在不同实验室的不同的操作者、采用不同仪器、对相同的样品进行测定所得到两个单个独立的试验结果之差,对于 FAME 体积分数小于或等于 11.4%,其绝对值不应超过 0.9%。对于 FAME 体积分数大于 11.4%且小于 22.7%,其绝对值不应超过 1.4%。

11 试验报告

试验报告至少要包含下列信息:

- a) 对本标准的引用;
 - b) 样品类型和名称;
 - c) 试验结果(见第 9 章);
 - d) 由协议或其他原因造成的与规定步骤的偏差;
 - e) 试验日期。
-



GB/T 23801—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38266

定价: 14.00 元