

## 分析测试

## 紫外分光光度法测定特种溶剂的芳烃含量

赵红梅 刘天才

(中国石油化工股份有限公司广州分公司检验中心,广州,510726)

**摘要** 开发了紫外分光光度法测定特种溶剂中芳烃含量方法。该方法可以在15分钟内测试出低于1%含量的芳烃。最低检测限  $1.0 \times 10^{-6}$  (m/m)。回收率在94.5%~99.8%,重复性试验  $RSD = 0.29\%$ 。该方法对不同生产工艺制得的特种溶剂测试的可靠性有待进一步试验验证。

**关键词** 特种溶剂,芳烃,测试,紫外分光光度法

## 1 前言

煤油型特种溶剂现广泛应用于工业清洗和去污剂、家用产品(家具上光剂、无水清洗剂、气雾剂)、静电复印液、聚烯烃液体稀释剂、无味醇酸油漆及烤漆溶剂、可作无味灯用煤油,制取有机溶剂胶及弹性粘合剂、油墨的稀释剂、干洗剂、非水电镀溶剂、低温润滑剂等等<sup>[1]</sup>。上述使用场合,不仅要求有合适的馏分范围,而且要求有低的芳烃含量,以避免或减少对使用者的身体危害,保护环境。

我厂生产的特种溶剂是以喷气燃料为原料,经加氢精制而制得。对芳烃含量根据牌号不同,特号 and 1号控制不大于1%,2号和3号控制不大于5%。芳烃含量的分析推荐方法是GB/T 11132-89,液体石油产品烃类测定法(荧光指示剂吸附法)。但该方法最低检测限为5%,且分析过程石英吸附柱易破损,分析时间最少1.5小时,不能准确及时报出分析结果。据调查有人采用红外光谱法测煤油中芳烃含量,也有人用双波长紫外光谱法测定溶剂油中的单环和双环芳烃含量<sup>[2]</sup>。笔者参考SH/T 0409-92液体石蜡中芳烃含量测定法(紫外分光光度法)<sup>[3]</sup>,SH/T 0411-92液体石蜡中芳烃含量测定法(比色法)<sup>[4]</sup>,通过大量试验,建立了紫外分光光度法测定煤油型特种溶剂的芳烃含量(紫外分光光度法)的新方法。该方法可以在15分钟内快速测定出试样中低于1%含量的芳烃,最低检测限  $1.0 \times 10^{-6}$  (m/m),回收率在94.5%~99.8%,重复性试验  $RSD = 0.29\%$ ,该方法特别适

合生产控制分析使用。不同生产工艺制得的特种溶剂用该方法测试芳烃含量的可靠性有待进一步试验验证。

## 2 实验部分

## 2.1 仪器设备

紫外可见分光光度计:UV-1200PC型,美析(中国)仪器有限公司

比色皿:石英材质,光程1cm。

阿贝折光仪:WZS-I860554型。

恒温烘箱。

吸附柱:1根(用做汽油、柴油酸度冷凝管替代,见GB/T258-77)。

容量瓶:50毫升,25毫升。

分液漏斗:250毫升。

## 2.2 材料试剂

硅胶:100-200目(色谱用细孔硅胶,青岛海洋硅胶厂产)。

硫酸:分析纯(95-98%)。

甲醛:分析纯(36-38%的水溶液)。

硫酸-甲醛试剂的配制:将浓硫酸和甲醛溶液按99.5:0.5的重量比混合均匀即得。试剂保存在茶色的磨口瓶中,如发现试剂有颜色或沉淀析出时不应继续使用。

乙醇:分析纯。

异辛烷:以水为参比,在360-230nm处吸光度应为0.0000。

水:去离子水或蒸馏水。

无芳正己烷。

## 2.3 分析步骤

### 2.3.1 芳烃和无芳烃油的制取:

a 将用纯水洗净烘干的 100-200 目硅胶在 150~160℃ 烘箱内活化 5 小时,取出后立即置于干燥器中冷却。

b 将冷却的硅胶仔细装进下端用脱脂棉塞住的干燥洁净的吸附柱内,同时要轻敲管壁,使之装得均匀,松紧适宜。

c 向吸附柱中缓慢注入含芳烃的特种溶剂油,使之通过硅胶自然下流,并收集脱芳烃油。注意要分段收集,并不断用硫酸—甲醛试剂进行检验,一旦显黄色,立即停止收集,则前段收集的为无芳烃油。

d 无芳烃油制取后,这时向柱内加入已脱除了芳烃的无芳正己烷,冲洗残存于硅胶表面的含芳烃的特种溶剂。当流出液的折光率与无芳正己烷的折光率相同时,则表明吸附柱内硅胶表面附着特种溶剂已经冲洗干净,然后用经过干燥过的压缩空气把柱内正己烷吹尽。

e 向柱内加入无水乙醇作顶替剂,把硅胶吸附的芳香烃脱附下来。

f 脱附下来的液体用蒸馏水在分液漏斗中洗涤 4~5 次,除去无水乙醇,然后将芳香油用滤纸过滤,除去微量水分。观察处理后液体的折光率,

如果经过如此处理折光率仍小于 1.5000 时,可用蒸馏法除去 110℃ 前馏分,并检查折光率直到达到 1.5000 为止。即得到纯芳烃。

### 2.3.2 工作曲线的制作

称取经 2.3.1 制备的芳烃 0.3g 左右,用异辛烷稀释至如表 1 中所示 5 个不同的浓度,用 UV-2401PC 型紫外可见分光光度计在 270nm 波长下,测量吸光度,绘制出吸光度 A 和溶液浓度 C 的工作曲线,见图 1。

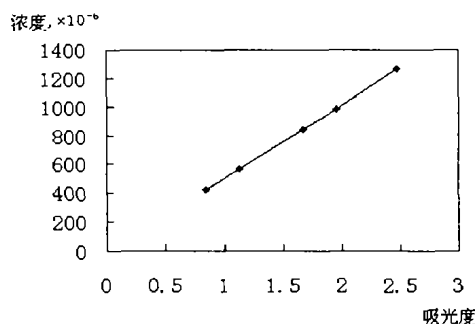


图 1 芳烃含量与吸光度曲线

相关系数  $r = 0.9999$ , 吸光度 A 对溶液浓度 C 的关系式为:

$$C = -20.47 + 519.07A$$

表 1 工作曲线试验数据

序号	1	2	3	4	5
浓度, $10^{-6}$	422.58	563.44	845.16	986.02	1267.74
吸光度	0.8455	1.1293	1.6680	1.9522	2.4718
相关系数	$r = 0.9999$				
回归方程	$C = -20.47 + 519.07A$				

### 2.3.3 试样芳烃含量的测定

#### 2.3.3.1 测定

试样如果浑浊,要先用滤纸过滤。试样是否稀释取决于试样中芳烃含量,芳烃含量在  $1200 \times 10^{-6}$  以上,试样需适当稀释,取样量以规定波长下最大吸光度不超过 2.5 为宜,取一定量试样于 25mL 容量瓶中,用异辛烷稀释至刻度。

取两个配对的比色皿, A 做参比皿, B 做样品皿,两个皿都装入异辛烷,读取 270nm 波长附近最大吸光度  $A_1$ 。然后将 A 皿中装异辛烷, B 皿中装特种溶剂,读取 270nm 波长附近最大吸光度  $A_2$ ,按式

(1) 计算芳烃含量。或根据  $A_2 - A_1$  的值,在工作曲线(见图 1)上直接查出相对应的芳烃含量。

#### 2.3.3.2 分析结果的表述

特种溶剂油芳烃含量  $C (\times 10^{-6})$  按式(1)计算

$$C = -20.47 + 519.07A$$

$$= -20.47 + 519.07(A_2 - A_1) \quad (1)$$

$A_2$ —样品皿装低芳煤油时 270nm 波长附近最大吸光度

$A_1$ —样品皿装异辛烷时 270nm 波长附近最大吸光度

## 3 结果与讨论

### 3.1 特种溶剂中芳烃紫外吸光系数选择

根据 API 的研究<sup>[3]</sup>,可以推测特种溶剂中芳烃是包括烷基苯和萘系化合物的复杂组合,并且随着煤油型特种溶剂制取工艺的不同,所含的芳烃种类及各单体芳烃的含量变化也不一样。但是在生产工艺固定,原料也相对稳定的条件下,制取的特种溶剂芳烃种类及各单体芳烃含量尽管会有变动,但吸光系数的变化不会对测试结果带来不可

接受的影响。在我厂生产特种溶剂的工艺条件下,特种溶剂试样在波长 285nm 下测得的萘系物含量低于  $50 \times 10^{-6}(\text{m}/\text{m})$ ,所以测定时可忽略。回收率、精密度试验以及方法投用一年的试用情况看,我们建立的方法是适用的,回归方程是准确的。

### 3.2 精密度试验

取特种溶剂样品,重复测定 5 次,结果见表 2。

表 2 重复性试验数据

样品号	芳烃含量测定值, $\times 10^{-6}$					平均值 $\times 10^{-6}$	标准偏差	相对标准偏差 (RSD%)
	1	2	3	4	5			
1	386.43	385.96	386.38	386.17	386.27	386.24	0.19	0.05
2	680.12	678.25	679.55	679.76	679.55	679.45	0.71	0.10
3	815.34	814.66	814.66	814.30	814.30	814.65	0.42	0.05

从表 2 结果看,最大相对标准偏差为 0.29%,说明了本试方法的重复性好。

### 3.3 回收率的测定

向无芳烃油中加入纯芳烃标样的回收率试验,结果见表 3。

表 3 加标样回收率试验数据

序号	加入量, $\times 10^{-6}$	回收量, $\times 10^{-6}$	回收率%
1	408.60	386.24	94.5
2	681.00	679.45	99.8
3	817.20	814.65	99.7
4	953.40	950.60	99.7
5	1225.80	1202.88	98.1

纯芳烃标样的测定回收率在 94.5% -

99.8%,说明本方法的准确度较高,完全符合分析的要求。

### 3.4 芳烃含量大于 0.12% 的特种溶剂的测定

实验发现在芳烃含量大于  $1267.74 \times 10^{-6}(\text{m}/\text{m})$ ,吸光度大于 2.4718 时,工作曲线已不是直线,表明已偏离了朗伯 - 比尔定律,我们通过实验,用异辛烷稀释试样,使之吸光度处于工作曲线范围之内。实验证明,这样做不会对测试带来严重的误差,可以保证测试的准确。从表 4 数据可以看出,人工配置的 2 号至 6 号试样不经稀释,测试回收率均低于 90%,经适当稀释后,测试回收率均高于 90%。

表 4 芳烃含量大于 0.12% 的样品的回收试验数据

样品名称	标样浓度, $\times 10^{-6}$	吸光度( $A_{\lambda}$ )	测得浓度 $\times 10^{-6}$	回收率, %
1 号	1267.74	2.4718	1289.20	101.6
2 号	1509.32	2.5450	1328.89	88.0
3 号	1655.38	2.6702	1396.78	84.4
4 号	1704.07	2.8628	1503.75	88.2
5 号	1947.51	3.1090	1637.24	84.1
6 号	2190.95	3.1838	1677.80	76.6
2 号稀释样	754.66	1.3925	704.06	93.2
3 号稀释样	827.69	1.5255	776.13	93.8
4 号稀释样	852.04	1.6004	819.28	96.2
5 号稀释样	973.76	1.8024	928.81	95.4
6 号稀释样	1095.48	1.9517	1009.75	92.2

(下转第 19 页)

到之处。本试验探讨了影响乳液稳定性及上光效果的诸因素,并找到配制稳定乳液及提高上光效果的最佳条件,成功地配制出性能稳定、上光效果好的乳液型地板上光剂。

#### 参考文献

- 1 [印度]SBP技术咨询委员会.工业蜡及配方,烃加工出版社
- 2 [美国]P.贝歇尔.乳状液理论与实践(修订本),科学出版社
- 3 孙绍曾,顾良炎.乡镇企业实用日用化学品制造技术(上册),化学工业出版社
- 4 时伯军.几种新型改性蜡的性能及应用,精细石油化工,1998,

(1),15

- 5 Kenneth Klein,日用化学工业译丛,1985,(2),46-49
- 6 张文富,张丽编.50种实用化工产品的制造技术,金盾出版社
- 7 王箴.化工辞典(第二版),化学工业出版社

(2002年11月收稿)

**作者简介** 王党生,男,满族,38岁,大学本科学历,高级实验师,现在山东大学在职申请硕士学位的学习和研究。主要从事化学及实验教学工作,主编、副主编统编教材各一部,近年发表论文10余篇。

## The Preparation of Spraying Polish Wax For Woody Floor

Wang Dangsheng

(School of Chemistry and Environmental Engineering, Jinan University Jinan, 250002)

**Abstract** Spraying polish wax of woody floor is called as emulsion polish, it has been prepared by mixing waxes, emulsifying agent under heating and stirred, the productive technology is simple. The stability and polish are very good. This paper has introduced typical preparation and attention in the process, found the best condition.

**Keywords** polish, wax, woody floor

(上接第33页)

#### 4 结束语

从上述实验结果可看出,在生产工艺固定,原料也相对稳定的条件下,制取的特种溶剂用紫外分光光度法,在波长270nm条件下测定芳烃含量,准确度高,重复性好,最低检测限 $1.0 \times 10^{-6}$ (m/m)均可满足要求。而且操作简单、快速。但对不同生产工艺制得的特种溶剂测试的可靠性有待进一步试验验证。

#### 参考文献

- 1 陆信兮.金陵石油化工,1993,11(1),15-20

- 2 王秀君等.河北化工,2002年第3期,43-44
- 3 石油和石油产品试验方法行业标准,中国标准出版社,1994,480-485
- 4 石油和石油产品试验方法行业标准,中国标准出版社,1994,491-495

(2002年10月收稿)

**作者简介** 赵红梅,女,1969年5月出生,1991年大学毕业,现在中国石化股份公司广州分公司检验中心生技室工作,工程师,一直从事石油产品分析检测及技术管理工作,曾发表检验方法改进及产品质量专题调查报告多篇。

## Ultraviolet - spectrophotometric Determination of Aromatic in specialty solvents

Zhao Hongmei Liu Tiancai

(China Petroleum & Chemical Corporation Guangzhou Branch Analysis Centre, Guangzhou, 510726)

**Abstract** A way for determining the aromatic in specialty solvents by means of ultraviolet - spectrophotometry was developed, with which we can detect the concentration of aromatic less than 1% in fifteen minutes. The limit of detection is down to  $1.0 \times 10^{-6}$ (m/m). The relative standard deviation of the method is 0.29% with spiked recoveries of 94.5% ~ 99.8%. The reliability of the method for the specialty solvents from different technological processes needs to be verified by furthermore experiments.

**Keywords** specialty solvent, aromatic, determination, ultraviolet - spectrophotometry