

液体石蜡中芳烃含量测定法
(紫外分光光度法)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用紫外分光光度计测定液体石蜡中芳烃含量的方法。

本标准适用于液体石蜡中芳烃含量的测定,测定的芳烃含量范围从 3ppm(m/m)到 5%(m/m)。本标准测定结果是烷基苯类与萘类的平均值。

2 术语

本标准芳烃定义是指液体石蜡中烷基苯类与烷基苯类化合物,其中以烷基苯类为主。烷基苯类含量至少比烷基萘类大十倍。

3 方法概要

试样在 1cm 石英比色皿中,测定 285nm 和 270nm 附近最大吸光度。

4 试剂与材料

4.1 异辛烷:以水为参比,在 360~230nm 处吸光度应 0.00。

4.2 水:去离子水或蒸馏水。

5 仪器、设备

5.1 紫外-可见分光光度计:双光束扫描记录,波长范围 195~800nm,波长精度 0.5nm,波长重现性 0.02nm。

5.2 比色皿:配对的石英比色皿,光程 1cm。

5.3 容量瓶:25mL。

6 分析步骤

6.1 试样

试样是否稀释取决于试样中芳烃含量,芳烃含量在 0.1%(m/m)以上,试样需适当稀释,称样量以规定波长下最大吸光度在 0.4~1.5 之间为宜。称取约 0.3~0.5g 试样(精确至 0.2mg)于 25mL 容量瓶中,用异辛烷稀释到刻度。

6.2 校正试验

不用已知萘类化合物直接标定分光光度计,而取 C_{10} ~ C_{13} 萘类在 285nm 波长下的平均吸光系数为 33.7L/g·cm,在 270nm 附近为 30.0L/g·cm(见附录 A)。同样取常见的 C_{10} ~ C_{16} 烷基苯类在 270nm 附近平均吸光系数为 3.01L/g·cm(见附录 B)。

6.3 测定

分两种情况测定:

6.3.1 当试样中烷基苯类含量低于 650ppm(m/m), 萘类低于 50ppm(m/m), 测定时, 萘类含量可以忽略, 也不考虑它对烷基苯类测定的干扰, 试样不需稀释, 以异辛烷为参比液, 直接读取试样在 270nm 附近最大吸光度, 按式(1)计算芳烃含量。

6.3.2 当试样中芳烃含量在 0.1%(m/m)以上, 要测定 285nm 处萘类吸光度, 计算萘类含量, 在 270nm 附近测定烷基苯类含量, 并按式(3)校正萘类对烷基苯类测定的干扰。试样需用异辛烷稀释, 并以异辛烷作参比液进行测定。

以上两种情况, 均以 1cm 厚的石英比色皿盛参比液和试样。

7 分析结果的表述

7.1 未稀释试样

烷基苯类的含量 W_{11} (ppm)按式(1)直接计算:

$$W_{11} = \frac{A_{270} \times 10^6}{a^n \cdot b \cdot c} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_{270} ——270nm 波长附近基线上最大吸光度;

10^6 ——直接换算为 ppm(m/m)的常数;

a^n ——烷基苯类平均吸光系数(或校准系数)3.01L/g·cm;

b ——比色皿光程, cm;

c ——未稀释试样近似密度(比色皿中试样质量浓度), g/L。

计算实例: 未稀释试样, 见图 1。

$$W_{11} = \frac{A \times 10^6}{a^n \cdot b \cdot c}$$

$$W_{11} = \frac{0.20 \times 10^6}{3.01 \times 5 \times 750} = 17.7 = 18$$

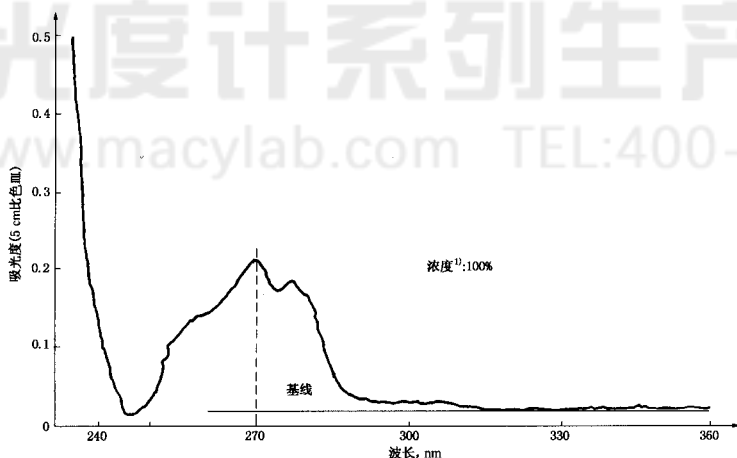


图 1 分子筛液体石蜡中 18ppm(m/m)烷基苯的紫外光谱图

7.2 稀释试样

用 1cm 比色皿, 记录稀释试样图谱。在芳烃含量较高时, 萘类对烷基苯类的测定有干扰, 需要对它的干扰进行校准。

注: 1) 比色皿中试样质量浓度即未稀释试样近似密度(g/L)。

7.2.1 萘类含量 W'_1 (ppm)先按式(2)直接计算:

$$W'_1 = \frac{A_{285} \times 10^6}{a_n \cdot b \cdot c} \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_{285} ——285nm 波长基线上吸光度;

10^6 ——直接换算为 ppm(m/m)的常数;

a_n ——萘类的平均吸光系数(或校准系数), 33.7L/g·cm;

b ——比色皿光程, cm;

c ——比色皿中试样质量浓度, g/L。

7.2.2 然后校准萘在 270nm 附近的干扰, 烷基苯含量 W_{12} (%)按式(3)计算:

$$W_{12} = \frac{(A_{270} - 0.89A_{285}) \times 100}{a^a \cdot b \cdot c} \dots\dots\dots (3)$$

式中: A_{270} ——270nm 波长附近基线上最大吸光度;

0.89——常数, 吸光系数之比即 $\frac{a_n(270\text{nm})}{a_n(285\text{nm})} = \frac{30.0}{33.7} = 0.89$;

100——换算成百分含量常数;

a^a ——烷基苯类的平均吸光系数(或校准系数), 3.01L/g·cm;

b ——比色皿光程, cm;

c ——比色皿中试样质量浓度, g/L。

7.2.3 总芳烃为萘类含量与烷基苯含量之和。

计算实例: 稀释试样, 见图 2。

$$W'_1 = \frac{A \times 10^6}{a_n \cdot b \cdot c}$$

$$W'_1 = \frac{0.35 \times 10^6}{33.7 \times 1 \times 13.5} = 770$$

$$W_{12} = \frac{(A_{270} - 0.89A_{285}) \times 100}{a^a \cdot b \cdot c}$$

$$W_{12} = \frac{(0.71 - 0.89 \times 0.35) \times 100}{3.01 \times 1 \times 13.5} = 0.981$$

$$\text{总芳烃} = W'_1 + W_{12} = 0.077 + 0.981 = 1.06$$

7.3 以质量比(% , ppm)报告试样中的芳烃含量, 结果应取至小数点后两位数字。

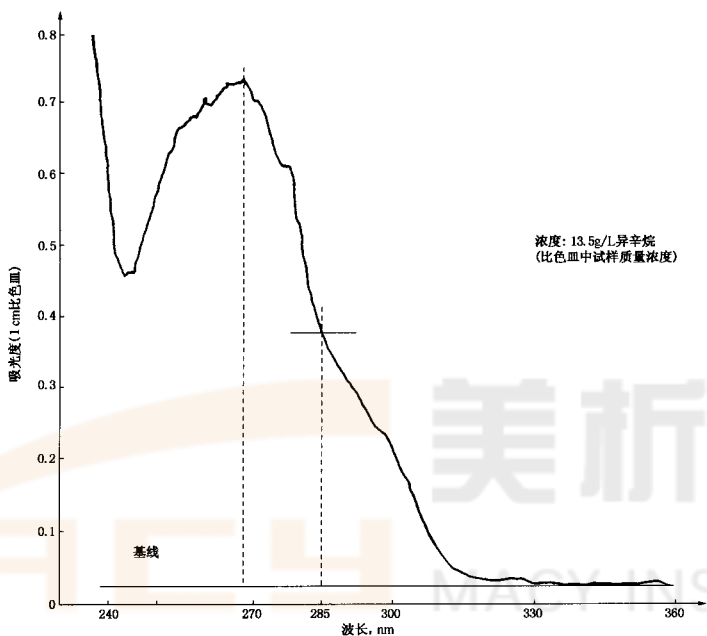


图2 分子筛液体石蜡中约1%(m/m)芳烃的紫外光谱图

8 精密度

同一操作者,在同一试验室使用同一仪器,按方法规定的步骤,在较短的时间间隔里,对同一试样测定结果的允许差数,当试样芳烃含量为1%(m/m)时,允许差不大于0.32%。

附录 A
API 研究项目 44 发表的数据
(补充件)

化 合 物	API 序号	吸光系数, L/g·cm	
		285nm	270nm 附近
萘	605	28.5	32.6
1-甲基萘	539	32.0	32.0
2-甲基萘	572	22.9	31.8
1,2-二甲基萘	215	37.3	26.5
1,3-二甲基萘	216	36.4	26.5
1,4-二甲基萘	217	43.5	26.0
1,5-二甲基萘	218	54.0	29.0
1,6-二甲基萘	219	36.4	35.0
1,7-二甲基萘	220	36.0	32.5
1,8-二甲基萘	221	46.0	30.0
2,3-二甲基萘	222	22.0	30.0
2,6-二甲基萘	226	21.3	27.5
2,7-二甲基萘	224	23.5	29.5
1-异丙基萘	203	31.7	31.7
平 均		33.7	30.0

附录 B
API 研究项目 44 发表的数据
 (补充件)

化 合 物	API 序号	吸光系数, L/g·cm 270nm 附近
四氢萘	133	4.45
2-甲基四氢萘	398	3.83
5-甲基四氢萘	134	1.89
6-甲基四氢萘	135	5.41
6-正-庚基萘	287	4.96
正-丁基萘	176	1.82
1,4-二乙基萘	188	3.05
正-己基萘	143	1.40
1,4-二异基萘	191	2.19
正-辛基萘	144	1.40
正-十一烷基萘	146	2.50
正-十四烷基萘	394	2.39
1,1-二苯基乙烷	199	2.65
1,1-二苯基丙烷	200	2.72
1,4-二苯基丁烷	283	4.50
平 均		3.01

附加说明:

本标准由抚顺石油化工研究院技术归口。

本标准由南京烷基苯厂负责起草。

本标准主要起草人吴裕生、吴梅云。

本标准参照采用美国 UOP 公司现行分析方法 UOP 495—75《Molex 正构烷烃产品中芳烃含量紫外分光光度测定法》。