

氟里昂 (F-113) 中煤油的分析 ——红外分光光度法

田青凤, 兰海平, 鱼升堂

中国航天科技集团公司第六研究院一六五所

摘 要: 介绍了用红外分光光度法分析液氧/煤油发动机清洗后氟里昂 (F-113) 中煤油的含量, 对方法的精密度和准确度进行了计算, 并对实际样品进行了测试。

关键词: 煤油; 液氧/煤油发动机; 氟里昂; 红外分析

中图分类号: V51

文献标识码: A

文章编号: (2004)03-0033-03

1 引言

为保证重复使用的安全性, 液氧/煤油发动机每次使用后都应应将发动机内腔进行清洗, 以去除残留的煤油。清洗剂使用 F-113, 清洗效果是通过检测清洗后 F-113 中煤油的含量来衡量的。因此, F-113 中煤油含量分析方法的建立, 是液氧/煤油发动机研制过程中必不可少的内容。

由于大部分有机物在紫外区有强吸收, 而采样过程又易使样品引入有机物污染物, 对煤油在紫外区测定造成较大干扰, 从而影响了准确度。因此, 参照水中总油、矿物油的测定方法 (美国环保局采用红外分光光度法, 国际标准化组织采用红外光谱法, 利用油类物质中 CH_3 , CH_2 , Ar-H 分别在波数为 2960 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} 及 3030 cm^{-1} 处有特征吸收, 用 F-113 对水样进行萃取, 经不同预处理后进行红外分析), 对 F-113 中煤油含量进行测定。

由于发动机地面试验用煤油来源固定, 工艺固定, 组分多为直链烃, 可借鉴上述水中总油、矿物油的测定方法, 以地面试验用煤油为标准油,

制作一个浓度系列的标准曲线。但样品省去萃取、吸附等处理步骤, 利用煤油中 CH_3 在 2960 cm^{-1} 的特征吸收, 用红外光谱仪在 $3200\sim 2700\text{ cm}^{-1}$ 波长范围进行扫描, 以 2960 cm^{-1} 处的吸收值定量计算, 用红外分光光度法测定发动机清洗后 F-113 中煤油的含量。实验结果重现性好, 准确度佳, 灵敏度高。测定范围宽 (10mm 吸收池, 分析范围为 $10\sim 200\text{ mg/L}$), 满足液氧/煤油发动机清洗的技术要求, 清洗效果指标为清洗剂中煤油含量小于 160 mg/L 。

2 分析方法

2.1 主要仪器及工作参数

Magna-560 红外光谱仪 (附 OMNIC TQ 软件)
光圈: 100; 动镜速度: 0.6329; 增益: 自动; 扫描次数: 32; 分辨率: 4; 扫描范围: $3200\sim 2700\text{ cm}^{-1}$; 背景采集: 每次测定样品前; 光程为 10mm 的红外石英吸收池。

2.2 主要试剂

试剂: F-113 (沸点 47°C);

标准油: 发动机地面试验用煤油;

收稿日期: 2003-10-09; 修回日期: 2003-12-22。

作者简介: 田青凤 (1972—), 女, 工程师, 研究领域为液体推进剂。

标准油储备液：准确称取 1.0000g 标准油；溶于 1000.0mL 的 F-113 中，配成 1000mg/L 的标准油储备液。

2.3 标准曲线绘制

根据清洗效果指标要求，取 50mL 容量瓶 5 个，分别配制浓度为 10mg/L、50mg/L、90mg/L、170mg/L、210mg/L 的浓度系列标准溶液。使用 TQ 定量软件，用 10mm 吸收池，以 F-113 试剂空白为背景进行红外扫描，设定峰值、基线等参数，按步骤操作，仪器系统自动求算其标准曲线见图 1，此标准曲线的标准方程为 $y=0.00206x+0.018$ ，其中， y 为吸光度值， x 为对应的煤油浓度值， x 的单位为 mg/L。标准曲线相关系数为 0.9997。

2.4 样品分析

以 F-113 试剂空白为背景，进行红外光谱扫描，然后将发动机清洗后的样品进行红外光谱扫描，使用 TQ 定量软件，仪器自动在曲线上求算出此样品中煤油的含量。若样品浓度太大，用 F-113 稀释后再进行分析。

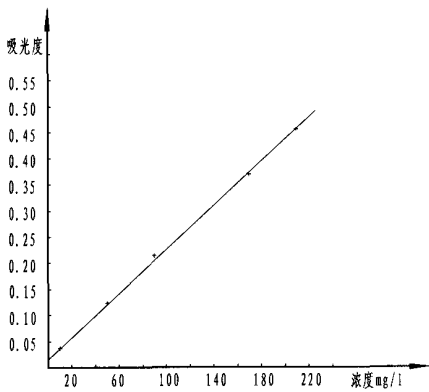


图 1 浓度—吸光度标准曲线

3 结果与讨论

3.1 精密度、准确度分析

用 10mm 吸收池，对不同浓度标准油进行 6 次测定，其精密度和准确度见表 1。结果表明，此方法准确度高，精密度好。

表 1 相对标准偏差、相对误差统计表

标准油浓度(mg/L)	10.0	50.0	170.0
不同浓度标准油 6 次测定结果(mg/L)	10.18	50.22	171.21
	9.95	50.14	168.56
	10.11	49.88	170.04
	10.25	50.07	168.45
	9.90	49.96	169.22
	10.12	50.10	168.77
平均值(mg/L)	10.09	50.06	169.38
相对标准偏差%	1.3	1.2	1.1
相对误差%	+0.9	+0.1	-0.4

3.2 实际样品分析

按本文所述，对几次发动机清洗后的样品进行的分析、统计结果见表 2。

由表 2 可知，此分析方法的准确度和精密度满足实际测定需要，所制作的标准曲线范围也满足实际测定需要。

表 2 发动机清洗后 F-113 中煤油分析实例

取样日期	0717	0813	0814	0915	1112
样品来源	燃气发生器	煤油路	推力室	氧路	燃气发生器
平行样测定结果 (mg/L)	65.67	17.60	56.01	53.24	12.45
	65.68	16.45	56.30	54.65	12.74
	65.78	16.46	56.16	52.50	12.55
煤油含量(mg/L)	65.71	16.84	56.16	53.46	12.58

3.3 灵敏度分析

由于红外区物质的摩尔吸光系数一般小于 10^3 ，灵敏度相对其他定量的仪器分析较低，主要适用于常量及半微量分析。但对于我们实际要求测定的煤油含量范围，用 10mm 吸收池，可测到几个毫克/升的煤油，灵敏度完全可以满足。

3.4 干扰与消除

操作中，因溶剂挥发可能会造成正偏差；红外光谱仪对环境（温度、湿度、通风）要求严格，环境条件的变化会导致红外吸收光谱的漂移，引起数据的变化。市售 F-113 应做蒸馏处理，以使其在测定波数的吸收系数足够低而不干扰煤油在此波数的吸收。处理后的 F-113 应贮存在密封的全玻璃器中或其他合适的器皿中，以防止与空气或其他物质(特别是塑料)接触产生污染。

4 结论

试验结果及实际应用表明，红外分光光度法测定 F-113 中煤油的含量，有关指标满足液氧/煤油发动机清洗的技术要求。

参考文献：

[1] Petroleum Hydrocarbons, Total Recoverable, EPA Method 418.1 (Spectrophotometric, Infrared), Stored NO.45501, Issued 1978.

[2] Oil and Grease, Total Recoverable, EPA Method 413.2 (Spectrophotometric, Infrared), Stored NO.00560, Issued 1974, Editorial revision 1978.

[3] 刘云, 张兰英. 有机分析. 吉林大学出版社, 1991.