

用符合 ASTM D4815(SH/T 0063)的方法测定汽油中的含氧化合物

应用文摘 AN0002

引言

由于美国 EPA 和加州空气资源委员会 (CARB) 的强制规定, 炼油厂不得以合适的形式将含氧化合物添加到汽油产品中去以达到法规的要求。法规要求的模式是需要添加 2% 的重量百分比的氧到调和汽油中。炼油厂和法规制定者不得不确保添加特定的化合物到调和汽油中去。大部分这些化合物是脂肪醇或者醚例如乙醇和甲基叔丁基醚 (MTBE)。为了定量这些含氧化合物添加剂, 加州空气资源委员会 (CARB) 指定 ASTM D4815 作为在加州销售的所有配方汽油的测试方法。

试验

汽油中含氧化合物分析仪是 SCION 赛里安仪器公司生产的一款标准化分析仪。此分析仪符合 ASTM D4815(SH/T 0063), 可以分析在方法中所列的所有成品发动机汽油的所有化合物。这台赛里安气相色谱仪装备了 2 根色谱柱, 一个分流/不分流进样口, 一个 10 通转动阀和一个氢火焰离子化检测器。第一根色谱柱是强极性的用来从高沸点和极性化合物中预分离低沸点和非极性化合物。醇类, 醚类和高沸点组分被反吹到第二根非极性柱, 在这里这些组分按照沸点顺序分离。在最后反吹阶段系统自动升高载气压力加快流速从而缩短了总分析时间。可以在放空线增加一个热导检测器辅助分析。图 1 是进样模式时仪器的流路配置图, 同时表 1 列出了详细的分析条件。

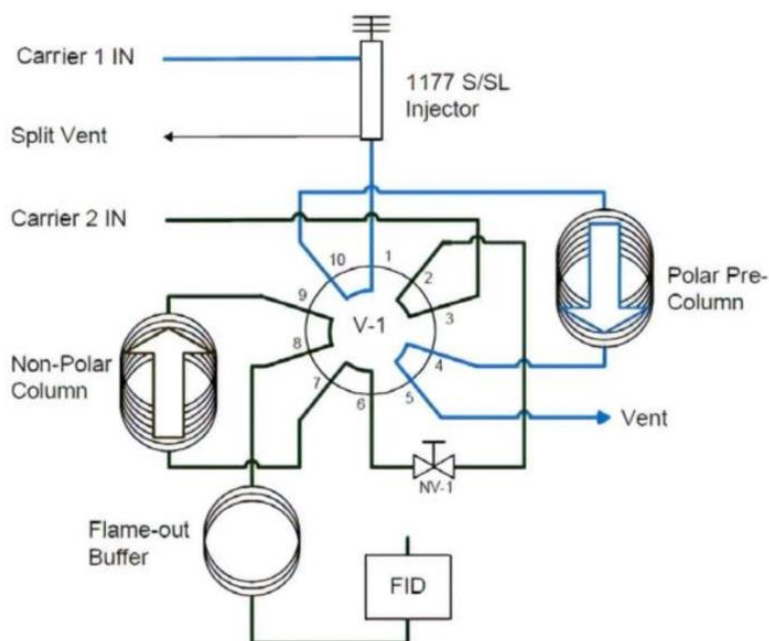


图 1. 进样时的配置原理图

表 1. GC-FID 的分析条件

条件	
分流/不分流进样口	220°C, 1:15
柱 1	TCEP 0.56m 1/16 惰性钢 (Inert Steel)
柱 2	10m x 0.25mm x 0.25µm
柱箱温度程序	60°C (hold 12 min), 20°C/min to 120°C (1 min)
载气	氦气, 18psi (12 mins), 4psi/min to 30psi (1min)
FID	300°C

校正标样由几种多组分每种组分有不同含量的含氧化合物组成。1,2-二甲氧基乙烷 (DME) 用做内标物。

结果

使用 2 根色谱柱，从汽油基体中分离含氧化合物是可行的。混合物含有约 7%重量的醇和 4%重量的醚。图 2 是含氧化合物混合物的色谱图。苯和甲基叔戊基醚 (TAME) 完全流出后，反吹到检测器的组合峰不用于定量但是可以用于显示反吹完成（信号回到基线）。

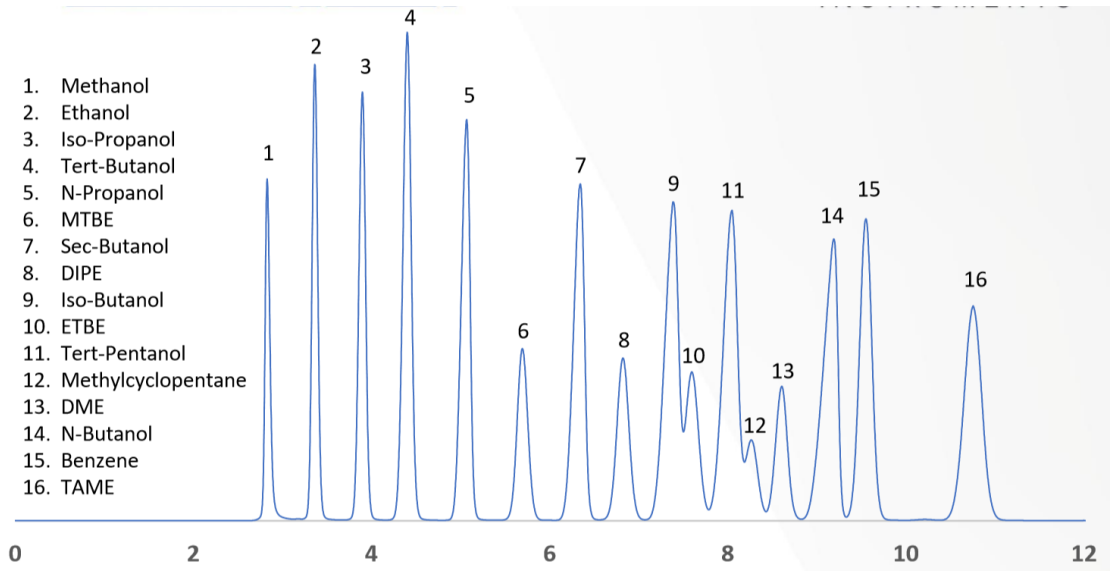


图 2. 根据 ASTM D4815(SH/T 0063)规定配制的含氧化合物分析色谱图

根据 ASTM D4815(SH/T 0063)的要求，系统的重复性测试是通过含氧化合物混合物 20 次连续进样完成的。表 2 是所有化合物的重复性总结包括峰面积的平均值，标准偏差 (SD) 和相对标准偏差(RSD%)。同时图 3 和图 4 是含氧化合物混合物每次进样的重复性。

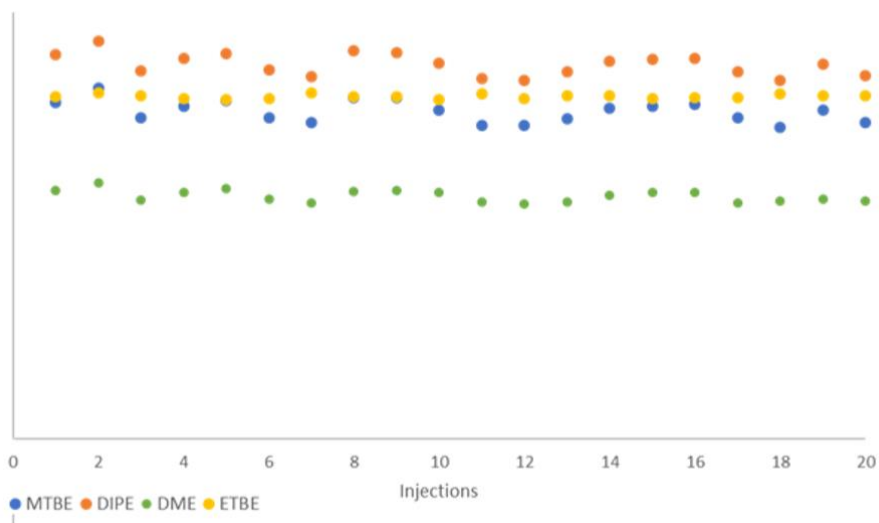


图 3. 醚类的重复性(n=20)

表 2. 峰面积的重复性数据 (n=20)

	Methanol	Ethanol	Iso-Prop	Tert-But	n-Prop	MTBE	Sec-But	DIPE
Ave	10550035.6	16204624.4	17989714.5	25191395.1	21955389.7	11326538.3	22823175.3	12113303
Std Dev	131292.8	163847	166303.6	224115.4	161030.3	181041.8	163303.8	181227.5
RSD %	1.24	1.01	0.92	0.89	0.73	1.6	0.72	1.5
	Iso-But	ETBE	Tert-Pent	DME	n-But	Benzene	TAME	
Ave	27003480.3	11363420	27934080	9900323	25050641.5	22893117.1	23300700.1	
Std Dev	193776.8	141469.5	199389.3	97538	161411.5	338414.1	261082.1	
RSD %	0.72	1.24	0.71	0.99	0.64	1.48	1.12	

赛里安分析仪通过 20 次连续进样显示了良好的重复性。对应的相对标准偏差 RSD%范围在 0.71%到 1.6%之间。

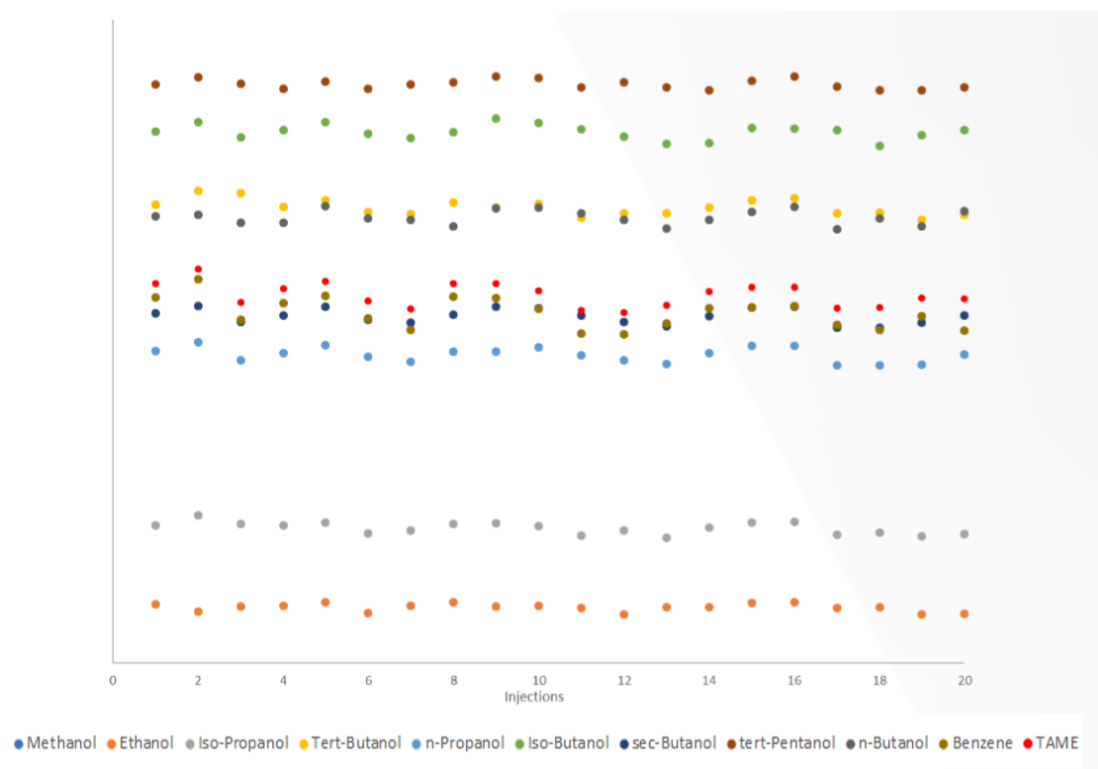


图 4. 醇和 TAME 的重复性 (n=20)

结论

配备了 FID, 1 个 10 通阀和 2 根色谱柱的赛里安气相色谱系统用于包含有 MTBE, TAME, DIPE, ETBE 和 C1 到 C4 醇类的汽油的分析, 符合 ASTM D4815(SH/T 0063)标准方法。试验数据展示了用标准分析仪很容易取得良好的分离和极佳的重复性数据。

SCION Instruments
1 Bain Square, Livingston
EH54 7DQ, UK
Tel: +44 1506 300 200
sales-eu@scioninstruments.com
www.scioninstruments.com

SCION Instruments NL BV
Stanleyweg 4
4462GN, Goes, Netherlands
Tel: +31 113 348926
sales-eu@scioninstruments.com
www.scioninstruments.com