



# 使用 Agilent 4500 系列 FTIR 进行燃油分析：监测炼油厂快速确认生产的船用柴油燃料中不含 FAME

## 应用简报

### 作者

Pik Leung Tang  
安捷伦科技公司  
英国苏格兰爱丁堡

Alan Rein  
安捷伦科技公司  
美国康乃狄克州丹伯里

### 前言

生物柴油 (FAME) 正越来越多地运用到柴油燃料的配方中，然而对于某些发动机应用，即使存在少量的生物柴油也是不行的。例如，将航空燃油和后备发电机中的生物柴油用于核电站中可能导致重大事故。同样，专用于海洋游艇的柴油燃料中如果存在痕量的生物柴油也是有问题的。例如，老式的水运船只使用的发动机通常含有与生物柴油化学不相容的弹性垫圈。此外，船的发动机燃烧室或燃料供给系统不是为使用生物柴油而设计的。

这些发动机大部分可以耐受痕量生物柴油 (< 0.1%)，而随着生物柴油浓度的增加，潜在故障的风险也相应增加。因为炼油厂为多种应用配制燃料，所以受到有意提高生物柴油含量的燃料（例如用于汽车和卡车发动机的燃料）污染的可能性是真实存在的。例如，机动车柴油燃料常常含有 5–7% 的生物柴油，存在污染物或无意中将这种燃料同专为船用发动机设计的燃料混合都极具危害。

本应用简报讨论了一家英国主要炼油厂通过使用配备有安捷伦专利 DialPath 采样技术和生物柴油测量方法的 Agilent 4500 系列 FTIR，确保了用于船只的燃料中的生物柴油含量符合 BS ISO 8217 标准及炼油厂自身的技术要求标准。安捷伦生物柴油测量方法可替代测量柴油燃料中生物柴油的常规 FTIR 方法 IP 579/BSI 2000:579，安捷伦的这一方法对于低含量生物柴油的测量更简单、更快捷、更准确。

## 实验部分

### 仪器

使用配备有 DialPath 采样技术的 Agilent 4500 FTIR 系列 (图 1) 测量船用柴油燃料中的痕量生物柴油。该光谱仪是一个非常紧凑的便携式系统, 专为在实验室外苛刻的环境中使用时而设计和制造。采用电池供电, 该系统不受本地电力波动或中断的影响。虽然体积小巧, 但该系统的性能是领先的, 与传统台式 QA/QC FTIR 光谱仪相比具有同等或更好的性能。4500 系列 FTIR 能够快速获取准确可靠的结果, 便于用户做出关于产品质量的实时可行的决策。

样品和光谱仪之间的接口也同等重要, 4500 系列 FTIR 使用安捷伦专利的 DialPath 采样技术以确保测量的准确性和易用性。这项创新技术消除了用传统红外透射液体池测量粘稠液体时的所有相关问题。

包括样品引入、背景采集、样品分析、计算/显示结果和清洁表面在内的单次测量时间不超过 3 分钟。这种简便的测量与软件的预编程校准和“一键式”方法结合, 能够在 20 分钟内使技术人员掌握该系统进行船用柴油中生物柴油的测量。



图 1. 使用配备有 DialPath 技术的 Agilent 4500 系列 FTIR 测量船用柴油和机动车柴油燃料中的 FAME

### 用于测量柴油燃料中生物柴油的接口

安捷伦 DialPath 采样技术是一项液体测定创新专利技术, 相对于传统的密闭液体池具有许多优势。DialPath 采样接口包括一个可以旋转的光学头, 可从三种经工厂校准的固定光程 (从 30 到 200  $\mu\text{m}$  不等) 中选择一种。

分析时, 将一滴液体样品滴在红外透明窗片上, 转动光学探头窗片, 将液体样品夹在两个窗片之间 (图 2)。由此在两个窗片之间形成了一个高重现性的液体测量光程。分析之后, 通过简单擦拭即可清洁两个窗片, 并准备分析下一个样品。DialPath 与传统的透射池技术相比具有许多优势:

- 可以根据需要立刻选择三种不同的光程
- 改变光程不需要拆卸
- 无需隔片可避免液体池渗漏和散射问题
- 引入样品不需注射器
- 它消除了使用传统红外透射池时样品引入和普遍清理困难的问题, 这在测量粘稠样品 (例如柴油燃料) 时尤其重要
- 由于样品无需稀释即可进行分析, 可以进行更快速的测量而不存在与制备相关的误差
- 不需要备件或消耗品 (样品池窗片、隔片、清洁溶剂等等)



图 2. DialPath 的操作。将样品放到窗片上; 转动第二个窗片进入相应位置; 分析样品; 擦拭清洁窗片

## 方法

用于柴油燃料中低含量 FAME 分析的安捷伦方法 [1] 使用 ASTM D7371 (偏最小二乘法回归) 和 EN14078 (透射红外) 中都包括的最佳理念。通过这种新方法, 我们得到了可超越之前的方法、生物柴油检测限 (LOD) 达到 0.025% 的方法。生物柴油中 0–1.5% FAME 在  $1680\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$  区域 (图 3) 中的光谱显示了 FAME 的羰基吸收带与生物柴油的量成正比, 并且不受干扰。使用包括羰基吸收带在内的 FAME 光谱的预校准的多元方法保存在机器上, 而高度直观的软件通过可视化的指令、说明和复选框对用户进行提示。此外, 安捷伦方法测量未经稀释的柴油样品, 避免了样品稀释和由此产生的潜在误差。

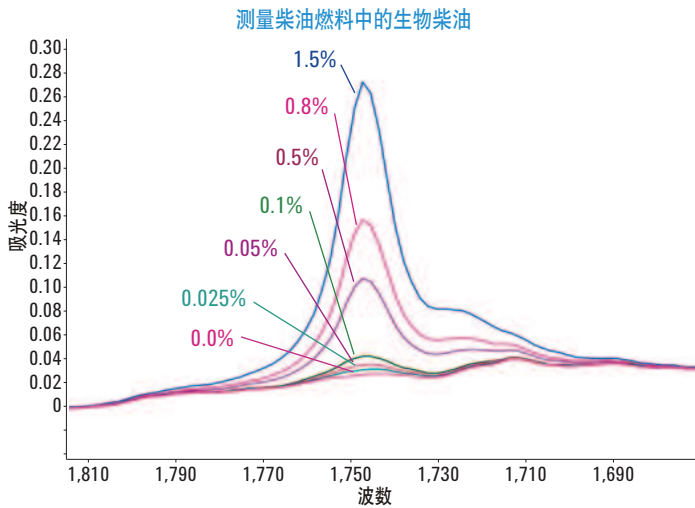


图 3. FAME 中的羰基部分在  $1745\text{ cm}^{-1}$  处具有红外吸收。谱带不受干扰并且直接测量生物柴油含量

## 结果与讨论

为期一个月的时间中，一家英国的柴油炼油厂用配备 DialPath 采样技术并使用安捷伦生物柴油方法的 Agilent 4500 系列 FTIR 测试配制的每批船用柴油。每一批次都进行了检测，以确定符合 BS ISO 8217 标准。这些批次由编号的正方形（表 4）表示，每个正方形代表单批次中的 FTIR 结果。分析质量控制 (AQC) 样品在图表中的 0.1%、1% 和 7% 处（图 4 中的红色圆圈）。很明显，所

测试的批次都在船用柴油的可接受范围内 (< 0.1% FAME)，并且炼油厂所有批次也都在炼油厂自身的标准 (0.05%) 内。

实验中包含的对 1% 和 7% 标准物的测量表明该方法可用于不同的目的。这些含量可用于检查机动车用柴油中是否混合了合适含量的生物柴油。当工厂从机动车柴油切换为船用柴油时，有一个燃料含有中间含量生物柴油的交叉时期（图 4 中的蓝色三角形）。

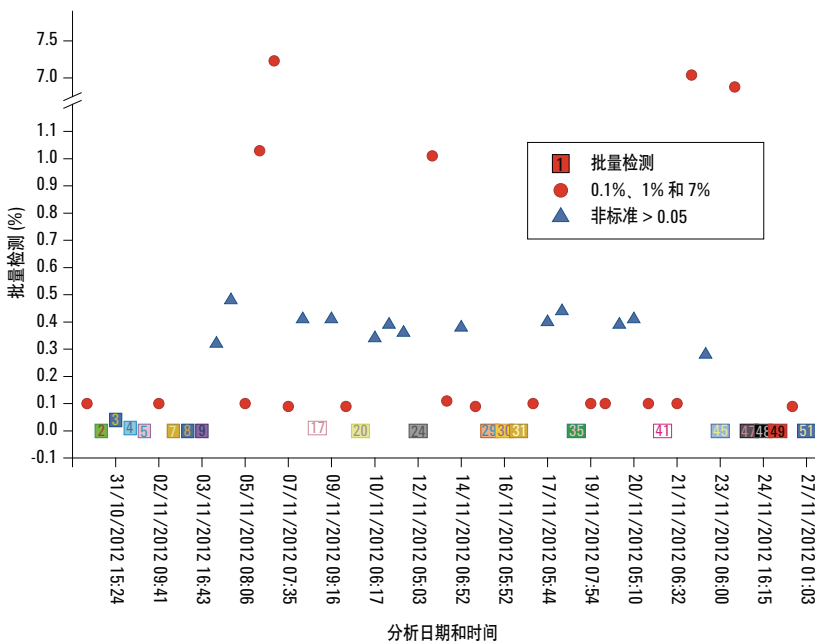


图 4. 批量检测船用柴油的 FAME 含量 (编号的正方形)。分析质量控制标准物用红色圆圈表示。从机动车柴油配方切换至船用柴油的中间样品用蓝色三角形表示。还显示了较高含量分析标准物 (1%、7%)

有时新配方船用柴油中 FAME 的量可能在小于 0.1% 的可接受的规定范围内，但可能超过炼油厂自身 0.05% 的指标。因为 Agilent 4500 系列 FTIR 优异的分析性能，可以检测到这些情况（图 5 中的批次 3）从而做出是否接受具体批次的决定。

## 结论

安捷伦 FTIR 方法融入了 EN14078 和 ASTM D7371 方法最合适的部分，以测定每个独立批次不含生物柴油 (FAME) 的船用柴油。这种方法远比传统的 IP 579 方法更易操作和实施，并验证了每个独立批次均符合 BS ISO 8217 标准。

该方法使用配备有安捷伦专利 DialPath 采样技术的 Agilent 4500 系列 FTIR。这免除了对标准红外液体池的需要，还省去了许多步骤，包括稀释，以及更复杂的清洁玻璃器皿和液体池等。从引入样品到完成分析以及准备下一个样品所消耗的样品测量时间小于 3 分钟，而使用简单的指令就能执行预校准方法，用户在 30 分钟内便能完全掌握该方法。

该方法能够使炼油厂快速确定切换时间并快速检测每个独立批次，以确保船用柴油不含 FAME。相同的方法也可用于检测机动车柴油配方中的 FAME 含量以及一些其他节省时间和成本的功能。便携性、准确性和易用性使测量几乎能够在任何地方进行，不论是在炼油厂的实验室、港口还是在储油库中。

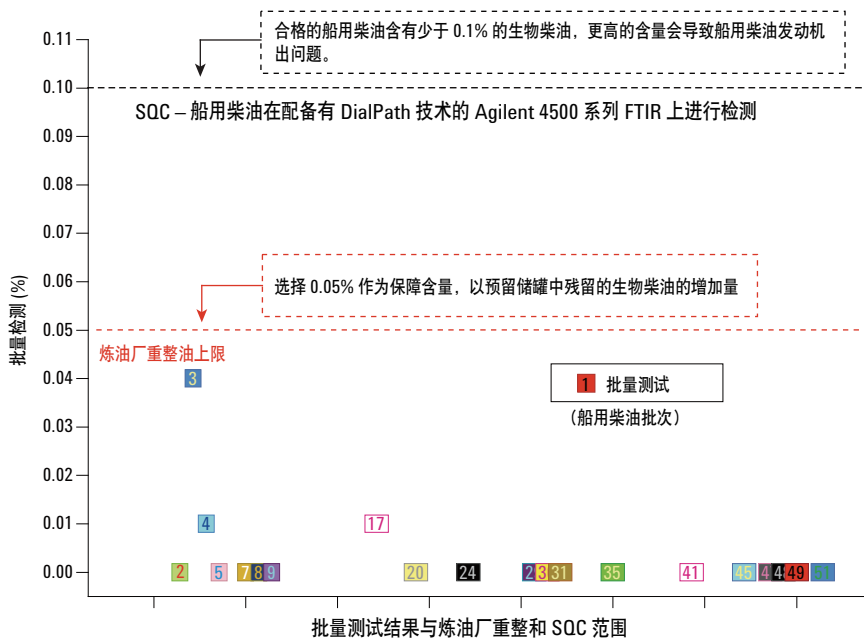


图 5. 船用柴油中的 FAME。从机动车柴油切换至船用柴油符合法规范围要求，然而批次 3 显示出接近炼油厂含量上限的 FAME 含量

## 参考文献

1. J. Seelenbinder, F. Higgins, "Test method for low level detection of biodiesel in diesel using the Agilent 5500t spectrometer" (使用 Agilent 5500t 光谱仪检测柴油中低浓度生物柴油的方法), 出版号 5990-7804EN, 2011 年 5 月 1 日

## 更多信息

这些数据代表典型结果。有关我们的产品和服务的详细信息, 请访问我们的网站: [www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)。

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2013  
中国印制  
2013 年 8 月 27 日  
5991-2700CHCN