

Messung der Gesamt-Naphthalin-Kohlenwasserstoffe in Flugkraftstoffen mittels UV-Vis-Spektroskopie

Optimierung der photometrischen Genauigkeit und Rationalisierung der Datenhandhabung mit dem Agilent Cary 3500 UV-Vis



Autor

Yasurika Heenatigala
Agilent Technologies, Inc.

Zusammenfassung

Diese Studie untersucht die Anwendung der UV-Vis-Spektroskopie als effiziente und unkomplizierte Methode für die qualitative und quantitative Analyse von Naphthalin-Kohlenwasserstoffen in Flugkraftstoffen. Mit dem Agilent Cary 3500 UV-Vis-Spektralphotometer und der Agilent Cary UV Workstation UV-Vis-Software wurde ein einfacher Arbeitsablauf entwickelt, um die Gesamtkonzentration von Naphthalinverbindungen in drei Jet A-1-Kraftstoffproben zu messen. Es ergaben sich ausgezeichnete Daten für die Methodenpräzision, was das Potenzial dieser Technik bei der Beurteilung der Qualität, Verbrennungseigenschaften und potenziellen Umweltauswirkungen von Kraftstoffen bestätigt.

Einführung

Die UV-Vis-Spektroskopie ermöglicht die Durchführung einfacher und schneller qualitativer Analysen der Leistungsfähigkeit von Flugtriebwerken, indem die Konzentration von Kohlenwasserstoffbestandteilen in Turbinenkraftstoffproben gemessen wird.

Eine Methode zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Flugtriebwerken beinhaltet die Charakterisierung der Verbrennung des Kraftstoffs. Naphthalin, ein Kohlenwasserstoff, der aus zwei Benzolringen besteht und als polyzyklischer aromatischer Kohlenwasserstoff¹ klassifiziert ist, wird häufig als Treibstoffzusatz in Kerosin verwendet. Niedrige Gehalte von Acenaphthen und alkylierten Derivaten dieser Kohlenwasserstoffe können ebenfalls in Düsenkraftstoffen vorhanden sein. Obwohl diese Naphthaline nur einen geringen Prozentsatz des Volumens einer Kraftstoffprobe ausmachen, tragen sie unverhältnismäßig stark zum Partikelgehalt im Triebwerkabgas bei.² Infolge einer unvollständigen Verbrennung erzeugen sie auch Ruß, Rauch und Wärmestrahlung.³ Da diese Verbrennungseigenschaften auf eine niedrigere Kraftstoffeffizienz und ein höheres Risiko für Schadstoffemissionen hinweisen⁴, ist es wichtig, die Gesamtkonzentration von Naphthalin-Kohlenwasserstoffen in Flugkraftstoffen zu berechnen.

Durch qualitative Extinktionsmessungen und quantitative Berechnungen kann die Gesamtkonzentration von Naphthalin in einer Düsenkraftstoffprobe mithilfe der UV-Vis-Spektroskopie bestimmt werden. Diese Application Note zeigt die Vorteile des Agilent Cary 3500 UV-Vis-Spektralphotometers und der Agilent Cary UV Workstation v1.6 bei der Bestimmung der Gesamtkonzentration von Naphthalin-Kohlenwasserstoffen in drei Jet A-1-Kraftstoffproben auf.

Experimentelles

Probenvorbereitung

Lösemittelkontrollprobe: Isooctan in Spektroskopie-Qualität (2,2,4-Trimethylpentan, Sigma-Aldrich, Bestellnummer 1047182500, CAS-Nr. 540-84-1). Drei Millimeter Isooctan wurden in eine 3,5-ml-Standard-Quarzküvette mit 10-mm-Strahlengang (Agilent Technologies, Bestellnummer 5061-3387) überführt. Drei Lösemittelkontrollproben wurden hergestellt und als Blindprobe für die Proben verwendet.

Proben 1 bis 3: 0,075-ml-Aliquots von drei Jet A-1-Kraftstoffproben (lokal beschafft) wurden in saubere, trockene und tarierte volumetrische 100-ml-Kolben gegeben. Die Masse jeder Probe wurde auf das nächste Zehntel-Milligramm (0,0001 g) (64,1, 63,4 und 65,5 mg) gerundet gemessen und die Probe mit Isooctan in Spektroskopie-Qualität bis zur Markierung verdünnt. Anschließend wurde der Kolben mit einem Stopfen verschlossen und die Lösung sorgfältig gemischt. Drei Milliliter der Lösung wurden dann analysefertig in eine 10-mm-Quarzküvette überführt.

Geräte

Nach Vorbereitung der Lösemittelkontroll- und Probenküvetten wurde die Extinktion mit einem Agilent Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis (Abbildung 1) unter Verwendung der in Tabelle 1 angegebenen Parameter gemessen. Das Multiküvetten-Modul ermöglicht es einem Anwender, bis zu sieben Proben und eine Referenz gleichzeitig zu messen. In diesem Experiment wurden die drei Kraftstoffproben zusammen gemessen, und die Extinktionsspektren wurden in einem Diagramm erfasst. Die Extinktionsmessungen der Proben wurden dann mit dem Isooctan in Spektroskopie-Qualität (Lösemittelkontrollprobe) bei 285 nm verglichen.



Abbildung 1. Das Agilent Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis-Spektralphotometer.

Tabelle 1. Parameter der Datenerfassung mit einem Agilent Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis.

Parameter	Wert
Spektralbereich	240 bis 350 nm
Signalmittelungszeit	0,1 s
Datenintervall	1 nm
Spektrale Bandbreite	1 nm

Ergebnisse und Diskussion

Qualitative und quantitative Analyse von Proben

Die Cary UV Workstation v1.6 enthält funktionale Tools, die Anwendern helfen, Ergebnisse mit einem einzigen Programm zu produzieren und zu analysieren, was die Analyse vereinfacht. Sowohl die Bedienparameter als auch die Berechnungsmethoden wurden mit einer neuen Charge innerhalb des Scan-Anwendungsprogramms konfiguriert. Anwender können wählen, die Extinktion über einen Wellenlängenbereich oder bei einer oder mehreren spezifizierten Wellenlängen zu messen. In dieser Studie wurde die Wellenlängenregion von 240 bis 350 nm gescannt, sodass die Form des Extinktionsspektrums analysiert werden konnte.

Um die Konzentration des in den Düsenkraftstoffproben enthaltenen Naphthalins zu beurteilen, wurden drei Berechnungen in die Funktion „End of Sequence Analysis“ (Analyse zum Sequenzzende) eingegeben, wie in Abbildung 2 gezeigt.

Analyse 1 wurde verwendet, um den Volumenprozentsatz (Volumen-%) von Naphthalinen in den Proben zu berechnen. Dabei wurden der Masseprozentsatz (Massen-%) sowie die relativen Dichtewerte der Naphthaline (1) und des Kraftstoffs (0,8) herangezogen.⁵

Analyse 2 wurde verwendet, um den Masseprozentsatz (Massen-%) von Naphthalin in den Düsenkraftstoffproben zu berechnen. Dabei wurden der Extinktionswert bei 285 nm (A), die Masse der jeweiligen Probe in Gramm (W) und zwei Konstanten herangezogen, und zwar 0,10 (K) und das mittlere Absorptionsvermögen der C₁₀- bis C₁₃-Naphthaline bei 285 nm, d. h. 33,7 l/g cm.³ Das Gewicht wurde der Konfiguration der Sequenzanalyse mit der Funktion für anpassbare Parameter hinzugefügt, die es dem Anwender ermöglicht, die Variable und Einheit nach Wahl festzulegen (Abbildung 2).

Analyse 3 wurde verwendet, um die Extinktion (Abs) bei 285 nm mit der Gleichung „Value at (285)“ (Wert bei 285) zu ermitteln.

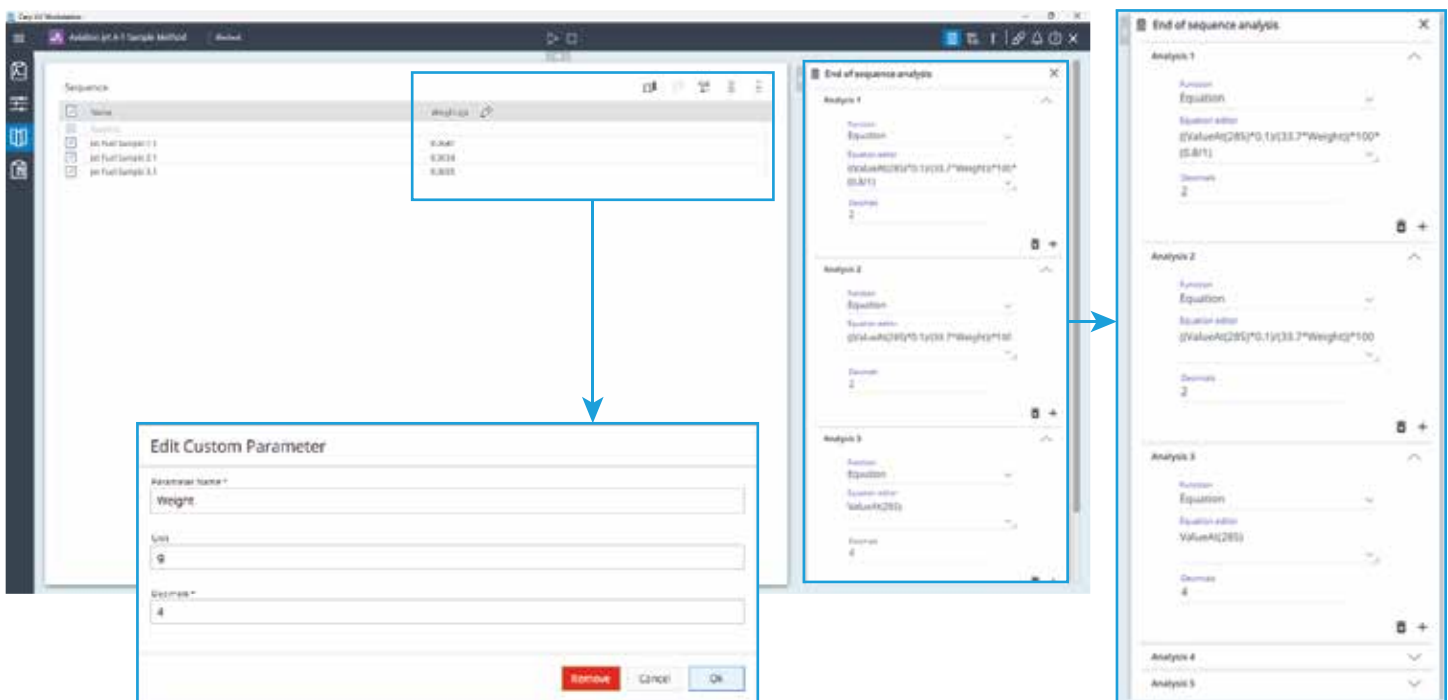


Abbildung 2. Die Sequenzkonfigurationsseite in der Agilent Cary UV Workstation v1.6, auf der Anwender die Test- und Berechnungsmethoden erstellen können. Das Probengewicht wurde als benutzerdefinierter Parameter (unten) hinzugefügt und drei Berechnungen (rechts) wurden in den Bereich „End of Sequence Analysis“ (Analyse zum Sequenzzende) der Seite eingegeben.

Als die Messung der Proben abgeschlossen war, erzeugte die Cary UV Workstation v1.6 ein skalierbares Diagramm der spezifizierten Wellenlängenregion, wie in Abbildung 3 gezeigt. Alle drei Berechnungen der Analyse zum Sequenzende ergaben einfach lesbare Wertetabellen. Es wurden bis zu vier Dezimalstellen für die Absorption und zwei für Masse- und Volumen-% konfiguriert. Die Volumen-%-Werte von Naphthalin-Kohlenwasserstoffen in jeder entsprechenden Düsenkraftstoffprobe wurden dann auf 0,01 % gerundet berichtet, wie in Tabelle 2 gezeigt.

Tabelle 2. Volumenprozentsatz von Naphthalinen in jeder Düsenkraftstoffprobe, angegeben mit zwei Dezimalstellen.

	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Volumen-% von Naphthalin in jeder Düsenkraftstoffprobe	1,00	1,08	1,36

Die Cary UV Workstation v1.6 ermittelte die Volumen-%-Werte von Naphthalinen in Düsenkraftstoffproben, ohne dass Berechnungen offline durchgeführt oder Daten in ein anderes Programm exportiert werden mussten. Sowohl die Datenerfassungsparameter als auch die Datenanalysemethode wurden als Testmethode gespeichert, um die Konfiguration für zukünftige Experimente zu vereinfachen. Die Erstellung einer Testmethode für die Analyse von Naphthalinen macht eine erneute Eingabe von Analyseereinstellungen überflüssig, was für einen schnelleren, effizienteren Arbeitsablauf sorgt und es Anwendern ermöglicht, sich auf ihre Analyse statt auf das Aufsetzen der Methode zu konzentrieren.

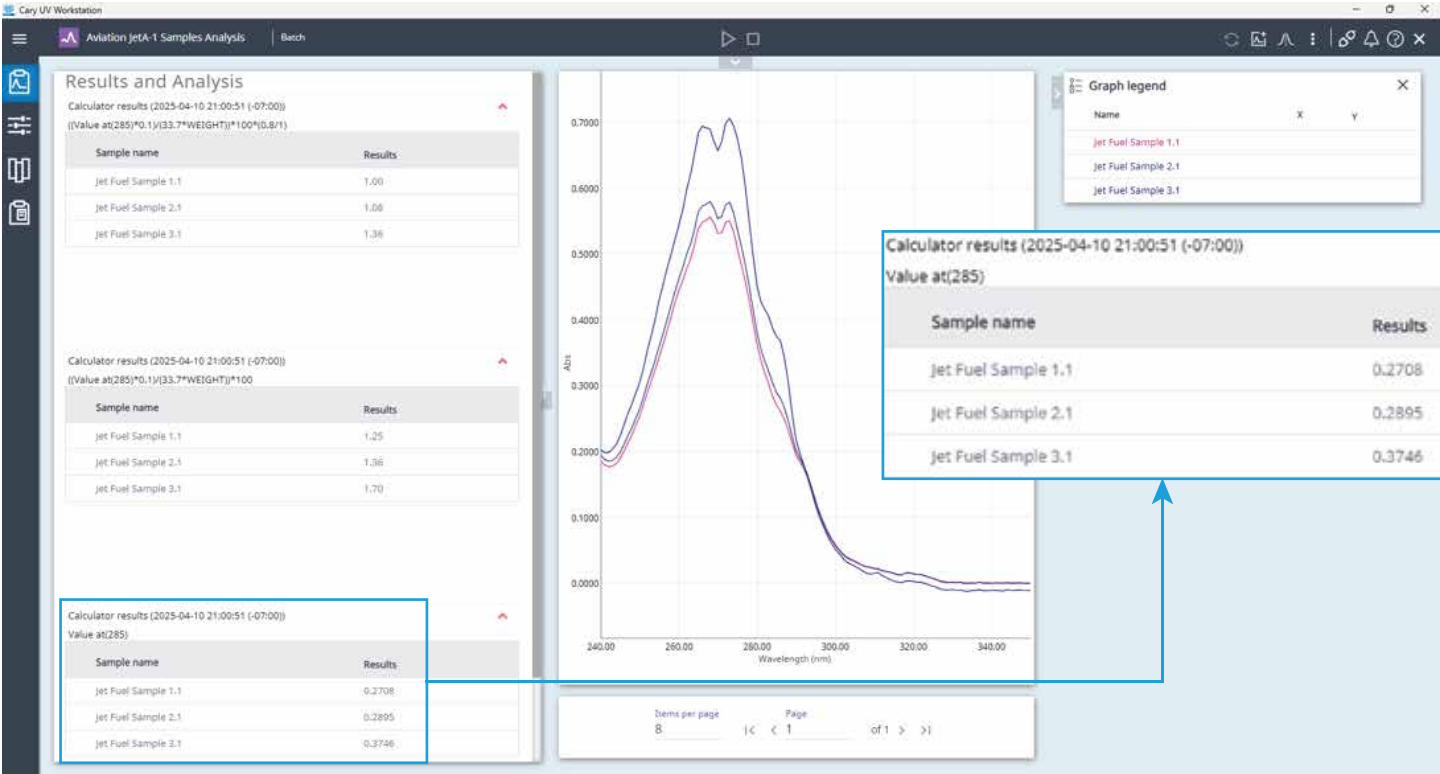


Abbildung 3. Die Agilent Cary UV Workstation v1.6 gibt Daten in einem einfachen Datentabellenformat zurück, das es Anwendern ermöglicht, bei der Messung eine relevante quantitative Analyse durchzuführen.

Berichterstellung

Die Cary UV Workstation v1.6 konsolidiert die qualitativen und quantitativen Ergebnisse in einem einzelnen Bericht. Wie in Abbildung 4 gezeigt, wurde der Bericht für diese Studie angepasst, sodass er Inhalte wie Datenberechnungen mit Wertetabellen, ein skaliertes Diagramm zur Darstellung der 285-nm-Region und weitere Optionen enthält. Die Voreinstellungen für den Berichtinhalt können ebenfalls als Teil der Testmethode gespeichert werden. Der Bericht für die drei Düsenkraftstoffproben wurde dann als PDF erstellt.

Methodenpräzision

Die Präzision der Cary 3500 UV-Vis-Methode wurde mithilfe von Wiederholpräzisions- und Reproduzierbarkeitstests beurteilt.

Wiederholpräzision: Zur Beurteilung der Wiederholpräzision wurden für jede Probe 20 aufeinander folgende Messungen unter konstanten Betriebsbedingungen durchgeführt. Wie in Tabelle 3 gezeigt, bestätigen die niedrigen berechneten Standardabweichungswerte für die entsprechenden Messungen die Konsistenz der Extinktionsmessungen. Dieses Stabilitätsniveau ist für die photometrische Genauigkeit wichtig.

Tabelle 3. Mittelwert und Variation über 20 Extinktionsmessungen für jede Düsenkraftstoffprobe.

	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Mittelwert der Extinktion bei 285 nm (Abs)	0,2691	0,2933	0,3748
Standardabweichung (Abs)	0,0004	0,0004	0,0005

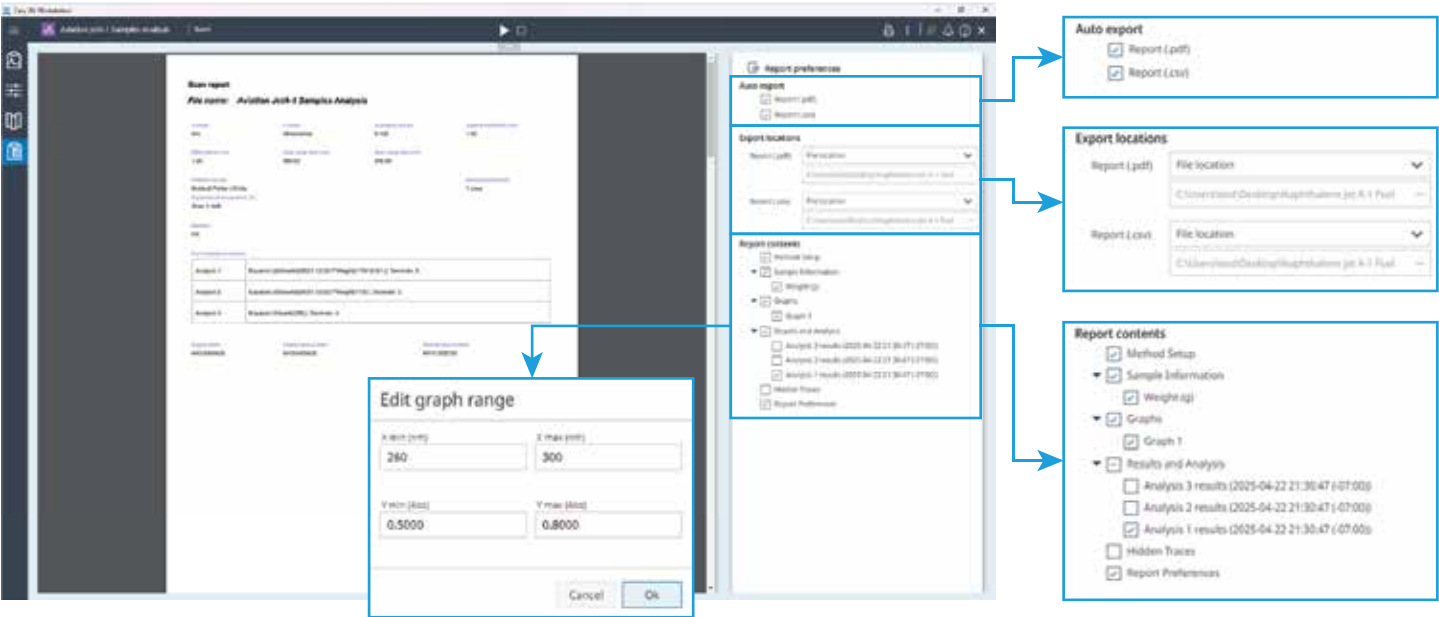


Abbildung 4. Agilent Cary UV Workstation v1.6 ermöglicht es Anwendern, Berichte im PDF- oder CSV-Format nach dem Ende der Sequenzfassung automatisch exportieren zu lassen. Anwender können einen benutzerdefinierten Exportspeicherort für diese Berichte festlegen, den Berichtsinhalt anpassen, indem sie basierend auf ihren Präferenzen spezifische Elemente aus- oder abwählen, sowie Diagramme skalieren, um die interessierende Region hervorzuheben.

Scan report

File name: Aviation JetA-1 Samples Analysis

2 reads

mm

7 reads

Absorbance

Averaging time (s)

0.100

Scanned bandwidth (nm)

1.00

Data interval (nm)

1.00

Scan range start (nm)

350.00

Scan range stop (nm)

240.00

Detector module

Multical Potter UV-VIS

Experiments temperature (°C)

Zone 1: N/A

Multiple experiments

1 zone

Readline

OK

End of sequence analysis

Analysis 1

Equation ((ValueA(285)*(1/33.7*Wavelength)^100*(5.81)), Decimals: 2

Analysis 2

Equation ((ValueA(285)*(1/33.7*Wavelength)^100), Decimals: 2

Analysis 3

Equation (ValueA(285)), Decimals: 4

Engine name

Engine serial number

Module serial number

MY2152405

MY2152405

MY2152403

Generated on

2025-04-10 21:00:55 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 1 of 5

Sample information

Jet Fuel Sample 1.1

Weight (g)

0.0001

Jet Fuel Sample 2.1

Weight (g)

0.0004

Jet Fuel Sample 3.1

Weight (g)

0.0005

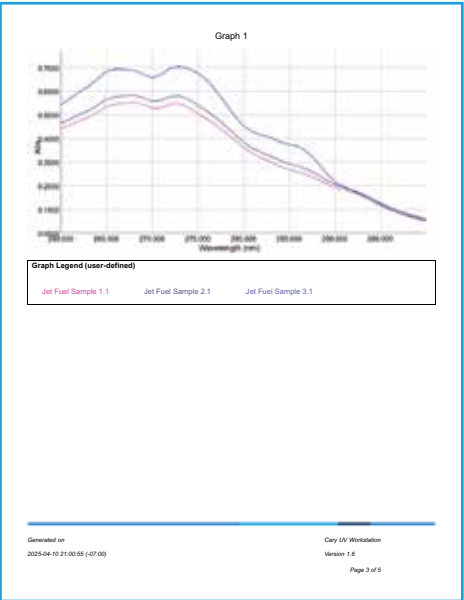
Generated on

2025-04-10 21:00:55 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 2 of 5



Analysis 1 results (2025-04-10 21:00:55 (-07:00))
(ValueA(285)*(1/33.7*Wavelength)^100*(5.81))

Sample name

Results

Jet Fuel Sample 1.1

0.000

Jet Fuel Sample 2.1

0.000

Jet Fuel Sample 3.1

0.000

Generated on

2025-04-10 21:00:55 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 4 of 5

Report preferences

Export locations

Report (.pdf) - C:\Users\user\Desktop\FlightInstruments_Jet-A-1 Fuel

Report (.xml) - C:\Users\user\Desktop\FlightInstruments_Jet-A-1 Fuel

Report contents

☒ Method Setup

☒ Sample Information

☒ Weight (g)

☒ Graphs

☒ Graph 1

☒ Results and Analysis

☐ Analysis 1 results (2025-04-10 21:00:55 (-07:00))

☐ Analysis 2 results (2025-04-10 21:00:55 (-07:00))

☒ Analysis 3 results (2025-04-10 21:00:55 (-07:00))

☐ Instrument Traces

☒ Report Preferences

Generated on

2025-04-10 21:00:55 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 5 of 5

Abbildung 5. Der generierte Scan-Bericht für die drei Düsenkraftstoffproben.

Ein Akzeptanzbereich wurde basierend auf dem mittleren Volumen-%-Wert von Naphthalin berechnet, der in der entsprechenden Düsenkraftstoffprobe über die 20 Läufe hinweg unter konsistenten Bedingungen gemessen wurde.³ Wie in Tabelle 4 gezeigt, wurden als Akzeptanzwerte für die Proben $\pm 0,18\%$ für Probe 1, $\pm 0,19\%$ für Probe 2 und $\pm 0,21\%$ für Probe 3 berechnet. Die Variation (Standardabweichung) in Volumen-% Naphthalin über die Läufe hinweg wurde ebenfalls für jede Probe berechnet, um zu beurteilen, wie einzelne Messungen vom Mittelwert abweichen.

Das Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis lieferte konsistente und wiederholbare Messungen, wie durch die berechneten Variationswerte von $\pm 1,42 \times 10^{-3}\%$ für Probe 1, $\pm 1,61 \times 10^{-3}\%$ für Probe 2 und $\pm 1,96 \times 10^{-3}\%$ für Probe 3 belegt. Wie in Tabelle 4 gezeigt, lag die beobachtete Variation in Volumen-% Naphthalin für jede Probe deutlich innerhalb des akzeptierten Wiederholpräzisionsbereichs, was die Fähigkeit des Geräts zur Durchführung präziser Messungen bestätigt.

Tabelle 4. Ergebnisse der Wiederholpräzisionstests für Messungen von drei Düsenkraftstoffproben, n = 20.

	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Mittelwert (Vol.-% von Naphthalin)	1,00	1,10	1,36
Wiederholpräzisionskriterien (%)	$\pm 0,18$	$\pm 0,19$	$\pm 0,21$
Standardabweichung (Vol.-% von Naphthalin)	$1,42 \times 10^{-3}$	$1,61 \times 10^{-3}$	$1,96 \times 10^{-3}$

Reproduzierbarkeit: Um die Präzision und Konsistenz bei Extinktionsmessungen zwischen Geräten zu bestimmen, wurde ein zweites Agilent Cary 3500 verwendet. Es wurden weitere 20 aufeinander folgende Läufe mit denselben drei Probenmaterialien durchgeführt. Die geringe Standardabweichung der Ergebnisse für die separaten, unabhängigen Probenanalysen belegten eine ausgezeichnete Reproduzierbarkeit der Methode und Geräte (Tabelle 5).

Tabelle 5. Mittelwert und Variation über 20 Extinktionsmessungen für jede Düsenkraftstoffprobe, die von einem zweiten Bediener durchgeführt wurden.

	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Mittelwert der Extinktion bei 285 nm (Abs)	0,2715	0,2916	0,3755
Standardabweichung (Abs)	0,0002	0,0003	0,0002

Ein Akzeptanzbereich für die Reproduzierbarkeit wurde basierend auf der Variation der Messungen zwischen Bedienern berechnet.³ Das durchschnittliche Volumen an Naphthalin wurde mit dem zweiten Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis berechnet, während als Akzeptanzwerte für die Proben $\pm 0,24\%$ für Probe 1, $\pm 0,26\%$ für Probe 2 und $\pm 0,29\%$ für Probe 3 berechnet wurden (siehe Tabelle 6). Durch den Vergleich der Variation der mit verschiedenen Bedienern erzielten Ergebnisse konnte die Präzision der Messungen über mehrere Geräte hinweg bestimmt werden.

Tabelle 6. Ergebnisse der Reproduzierbarkeitstests für Messungen von drei Düsenkraftstoffproben, die von einem zweiten Bediener durchgeführt wurden, n = 20.

	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Mittelwert (Vol.-% von Naphthalin)	1,01	1,09	1,36
Reproduzierbarkeitskriterien (%)	$\pm 0,24$	$\pm 0,26$	$\pm 0,29$
Standardabweichung (Vol.-% von Naphthalin)	$7,73 \times 10^{-4}$	$1,18 \times 10^{-3}$	$8,10 \times 10^{-4}$

Die Variationswerte (Standardabweichung) für die Messungen von $\pm 7,73 \times 10^{-4}\%$ für Probe 1, $\pm 1,18 \times 10^{-3}\%$ für Probe 2 und $\pm 8,10 \times 10^{-4}\%$ für Probe 3 lagen deutlich innerhalb des akzeptierten Reproduzierbarkeitsbereichs.

Wie in der Übersicht in Tabelle 7 gezeigt, waren die Extinktionswerte und die berechneten Volumen-% von Naphthalin der Proben zwischen den beiden Geräten signifikant ähnlich, was die Konsistenz der Methode belegte. Zusätzlich wiesen die Differenzen bei den Standardabweichungen zwischen den Geräten auf ein geringes Maß an bedienerbedingter Variation hin. Die berechneten Standardabweichungen belegten die Fähigkeit des Geräts, über mehrere Läufe hinweg wiederholbare, reproduzierbare und zuverlässige Extinktionsmessungen durchzuführen.

Tabelle 7. Vergleich der Variation von Extinktion und Volumen-% von Naphthalin für die Messung derselben Düsenkraftstoffproben durch zwei Geräte.

		Gerät 1	Gerät 2
Abs bei 285 nm	Probe 1	$0,2691 \pm 0,0004$ Abs	$0,2715 \pm 0,0002$ Abs
	Probe 2	$0,2933 \pm 0,0004$ Abs	$0,2916 \pm 0,0003$ Abs
	Probe 3	$0,3748 \pm 0,0005$ Abs	$0,3755 \pm 0,0002$ Abs
Naphthalin, Volumen-%	Probe 1	$1,00 \pm 1,42 \times 10^{-3}\%$	$1,01 \pm 7,73 \times 10^{-4}\%$
	Probe 2	$1,10 \pm 1,61 \times 10^{-3}\%$	$1,09 \pm 1,18 \times 10^{-3}\%$
	Probe 3	$1,36 \pm 1,96 \times 10^{-3}\%$	$1,36 \pm 8,10 \times 10^{-4}\%$

Fazit

Das Agilent Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis-Spektralphotometer und die Agilent Cary UV Workstation v1.6-Software ermöglichten eine effiziente und unkomplizierte Analyse der Gesamtkonzentration von Naphthalin-Kohlenwasserstoffen in Strahltriebwerkskraftstoffen. Die Zuverlässigkeit des Cary 3500 wurde durch seine präzisen und wiederholbaren Extinktionsmessungen nachgewiesen.

Das Abrufen gespeicherter Methoden und die Verwendung automatischer Berechnungen innerhalb der Sequenz in der Software optimierten die Datenerfassung und -analyse und eliminierten den Bedarf an manuellen Eingaben, Offline-Berechnungen und externer Software. Darüber hinaus gewährleistete die integrierte Berichterstellungsfunktion der Software eine effiziente Konsolidierung von Ergebnissen und ermöglichte eine einfache Überprüfung der Informationen.

Das Cary 3500 Multiküvetten-UV-Vis mit Cary UV Workstation v1.6 bietet eine schnelle, zuverlässige, robuste und benutzerfreundliche Methodik für die Beurteilung der Qualität von Kraftstoffen.

Referenzen

1. Mckee, R. H.; Adenuga, M. D.; Carrillo, J.-C. Characterization of the Toxicological Hazards of Hydrocarbon Solvents. *Critical Reviews in Toxicology* **2015**, 45(4), 273–365. doi:10.3109/10408444.2015.1016216
2. Batterman, S.; Chin, J.-Y.; Jia, C.; Godwin, C.; Parker, E.; Robins, T.; Max, P.; Lewis, T. Sources, Concentrations and Risks of Naphthalene in Indoor and Outdoor Air. *Indoor Air* **2012**, 22(4), 266–278. doi:10.1111/j.1600-0668.2011.00760.x
3. ASTM International. ASTM D1840-24 (2024) Standard Test Method for Naphthalene Hydrocarbons in Aviation Turbine Fuels by Ultraviolet Spectrophotometry. ASTM Volume 05.01: Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants (I): C1234–D4176. doi:10.1520/D1840-24
4. Yeh, C.-K.; Tzu, F.-M.; Chen, P.-Y.; Shen, H.-C.; Yuan, C.-S.; Lin, C.; Pu, H.-P.; Ngo, H.-H.; Bui, X.-T. Emission Characteristics of Naphthalene from Ship Exhausts Under Global Sulfur Cap. *Science of The Total Environment* **2023**, 902. doi:10.1016/j.scitotenv.2023.166172
5. BP Australia. (2024). Jet A-1 Safety Data Sheet. 7. Retrieved from [https://airbpmsds.bp.com/ussds/amersdsf.nsf/AllFiles_AIR_BP_FUELS/B53D844EC4BB273780258ACF00588ADF/\\$File/3075780.pdf](https://airbpmsds.bp.com/ussds/amersdsf.nsf/AllFiles_AIR_BP_FUELS/B53D844EC4BB273780258ACF00588ADF/$File/3075780.pdf)