

红外光谱法测定石油磺酸盐含量

朱 莉 王利平 秦 日方

(无锡轻工大学中央研究所, 无锡, 214036)

摘要 利用石油磺酸盐(PS)红外光谱 1060cm^{-1} 处的特征吸收峰,测定其含量,相对误差不超过 $\pm 5\%$,准确度优于两相滴定法。PS中单磺酸盐和双磺酸盐的相对含量与其图谱中 1200cm^{-1} 和 1060cm^{-1} 两处吸收峰的相对峰高比的变化有关。测定的相对误差不超过 $\pm 7\%$ 。

关键词 红外光谱法;石油磺酸盐;定量

中图分类号 O657.313

0 前 言

为提高石油采收率,可使用表面活性剂,石油磺酸盐优先被选用。石油磺酸盐是经磺化膜式磺化大庆馏分油所得^[1],必须及时监测它的浓度,常用的方法是经典的 Epton 两相滴定法^[2]。但该法操作繁杂,且误差较大。

对石油磺酸盐的红外光谱研究发现,石油磺酸盐的 $\text{S}=\text{O}$ 伸展振动在 1200cm^{-1} 附近和 1060cm^{-1} 处形成一个稳定的特征吸收峰^[3],几乎不受周围环境的影响^[4]。因此,我们用红外光谱法对其进行了含量测定。还发现,石油磺酸盐中单磺酸盐和双磺酸盐的相对含量不同,图谱中 1200cm^{-1} 和 1060cm^{-1} 两处吸收峰的高度的比值也不同。根据这一现象,用红外光谱法对单、双磺酸盐相对含量的测定进行了探讨。

1 材料和方法

1.1 器材

红外分光光度计 IR-440 日本岛津仪器公司产品

0.025mm 固定式 Micro-Cell 日本岛津仪器公司产品

四氯化碳 分析纯

石油磺酸盐-D₂ 大庆馏分油磺化产品,纯化处理后备用。

1.2 实验方法

以四氯化碳为溶剂,将纯化处理后的样品^[5]配制一系列不同浓度的溶液,装入 Micro-

cell 固定式液体槽, 绘制出各红外光谱图, 按图1求出吸光度并绘制工作曲线(图2). 在相同

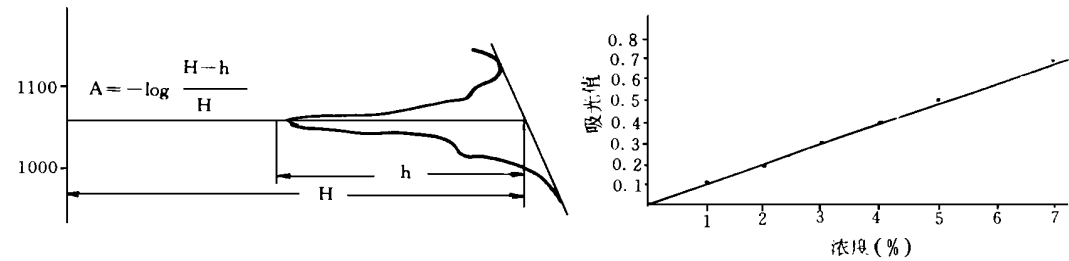


图1 吸光度求法图

图2 PS 定量工作曲线

条件下测定未知浓度的样品, 从工作曲线上查出所测样品的浓度, 按下式计算样品的百分含量。

$$P = \frac{CV}{1000W} \times 100\%$$

式中 P - 待测样品含量(%) C - 工作曲线上查出的浓度
V - 所配溶液体积 W - 待测样品的称重

2 结果与讨论

- 1) 为提高红外定量的准确性, 采用固定式微量液体槽, 以使样品注入量误差最小。
- 2) 用 CCl₄作溶剂, 可使石油磺酸盐充分溶解在其中, 而且 CCl₄的吸收峰对 1060cm⁻¹ 的吸收峰不产生干扰。同时, 制备石油磺酸盐过程中产生的副产品 Na₂SO₄不溶解在 CCl₄中而沉淀下来, 取上清液分析时, 避免了 Na₂SO₄的干扰。
- 3) 红外定量法分析石油磺酸盐的相对误差不超过 ±5%, 准确度优于两相滴定法。见表1。

表1 红外法和 Epton 法测定 PS 结果比较

%

样品	实际浓度	两相滴定法测得浓度[6]	相对误差	红外光谱法测得浓度	相对误差
PS-D ₂	59.2	62.7	- 5.9	61.8	- 4.4
	30.5	28.6	+ 6.2	29.4	+ 3.6
	26.7	27.9	- 4.5	27.6	- 3.4
	32.8	35.6	- 8.5	33.7	- 2.7
	25.7	24.5	+ 4.7	25.5	+ 0.7
	29.0	28.3	+ 2.4	28.3	+ 2.4
	30.5	28.7	+ 5.9	29.4	+ 3.6

- 4) 石油磺酸盐中单磺酸盐和双磺酸盐的相对含量不同时, 红外图谱中 1200cm⁻¹ 和 1060cm⁻¹ 峰高比值也不同。据此, 作者分别配制单磺酸盐和双磺酸盐溶液, 尔后定量吸取, 混合均匀, 并配成浓度梯度样品。用红外光谱法对样品中的单磺酸盐和双磺酸盐的相对含量进行分析。红外图谱见图3, 分析结果见表2。

表2 不同双磺酸盐含量对应的峰高比值

i 实验次数	x 双磺酸盐含量(%)	y 峰高比值
1	1.00	1.32
2	2.00	1.35
3	3.00	1.38
4	5.00	1.45
5	7.00	1.51
6	8.00	1.55
7	9.00	1.82

双磺酸盐的含量对峰高的线性回归方程为:

$$y = 1.2739 + 0.0357x$$

相关系数 $r = 0.999$

测未知双磺酸盐含量的样品时, 在相同的条件下, 进行红外分析, 并从图上查得 1200cm^{-1} 处和 1060cm^{-1} 处的峰高, 算出它们的比值 y , 然后代入上式, 即能求得对应的双磺酸盐的相对百分含量 x . 对含不同双磺酸盐浓度的样品进行测量, 结果见表3, 表明相对误差 不大于 $\pm 7\%$.

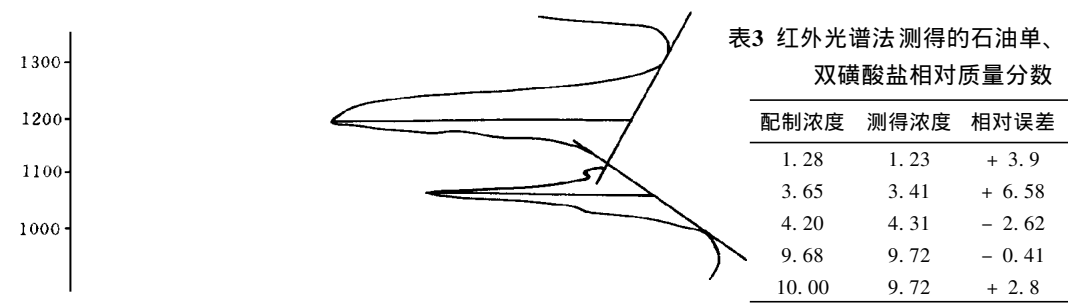


图3 石油双磺酸盐含量求法

参 考 文 献

1 伍晓林. S03膜式磺化大庆馏份油合成石油磺酸盐的研究及应用. [硕士论文]. 无锡轻工大学化学工程系, 1993
2 Epton S R. Trans. Faraday Sec, 1948: 214
3 陈耀祖. 有机分析. 高等教育出版社, 1981: 611
4 Perov P A, et al. Rapid Determination of the base in Petroleum Spdium Sulfonate. Neflepererab and Neflekim 1981, 5: 44

Infra-Red Spectrometric Determination of
Content of Petroleum Sulfonate

Zhu Li Wang Lipin Qin Fang

(Centre research and design Institute, Wuxi U niversity of Light Industry, Wuxi, 214036)

Abstract The content of Petroleum Sufonate (PS) could be determined by means of its characteristic peak of 1060 cm^{-1} in infra- red spectra. It was demonstrated that the technique, with a relative error within $\pm 5\%$, is of higher accuracy in detecting the PS content than the Epton method. The relative contents of mono-sulfonate and di-sulfonate were found to be related to the relative peak-height ratio in 1200 cm^{-1} and 1060 cm^{-1} , and in terms of the peak-height ratio the content of mono-sulfonate and di-sulfonate was able to be determined within a relative error of $\pm 7\%$.

Key-words in frared speetrometry; petroleum sulfonate; quantitarive analysis

(责任编辑: 秦和平)