

# E500 元素分析仪测定航空煤油中的 O 含量

## 一、前言

航空煤油是为航空涡轮发动机提供动力的关键燃料，其主要由烃类化合物组成。燃料的洁净度与氧化安定性直接关乎飞行安全与发动机效能。在生产工艺中，对原料的监控是保障产品质量的源头，而汽提作为核心精制步骤，其产物品质是评估杂质去除效率的关键。其中，氧含量是至关重要的指标：原料中的有机氧化物可能催化氧化反应，生成胶质；而汽提后产物的低氧水平则是工艺成功、燃料性质稳定的直接证明。

目前，测定油品氧含量的方法各异。经典化学法操作繁琐，而气相色谱-质谱联用（GC-MS）等技术虽能鉴定特定含氧化合物，但在快速、准确测定总氧含量方面面临挑战。

本方案使用海能技术 E500 元素分析仪，其基于高温燃烧-红外检测原理，为总氧测定提供了高效解决方案。仪器在高温下将样品彻底裂解，使氧元素定量转化为一氧化碳，并由高灵敏度红外检测器进行检测。针对液体样品分析，E500 可选配专用液体进样口，实现液体直接进样，有效简化前处理流程。

本方案将详细阐述利用 E500 元素分析仪，通过异丙醇溶液建立校准曲线，准确测定航空煤油原料中氧含量的方法。该方法具有优异的线性与精密度，为航空燃料的质控与工艺优化提供了可靠工具。

## 二、仪器与试剂

### 2.1 仪器

E500 元素分析仪等。

### 2.2 试剂及材料

载气：高纯氦气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

标准溶液：异丙醇（分析纯或更高纯度）、异辛烷（分析纯或更高纯度）；

填充耗材：炭黑、石墨毡、刚玉球、石英棉；

## 2.3 样品

航空煤油原料。

## 三、E500 元素分析仪实验方法

### 3.1 仪器准备

①管路准备：可根据耗材填充工装对裂解管进行准确装填，如耗材使用周期达到上限需及时更换；

②气源准备：氦气（纯度：99.999%）；

③O 模式仪器参数见下表：

模式	燃烧管	还原管	C 柱	H 柱	S 柱	检测器	标准品	O 含量%	进样方式
O 模式	1000℃	-	-	-	-	红外检测器	异丙醇溶液	26.6245%	液体直接进样（微量注射器）

### 3.2 液体密度测试

使用 10mL 移液管准确移取均匀的溶液并完全转移至洁净的烧杯中，使用万分之一天平准确记录转移到烧杯中的溶液质量，精确至 0.0001g。该溶液的密度计算公式如下：

$$\rho = \frac{m}{10.00}$$

$\rho$ :溶液密度，单位为 g/mL 或 mg/ $\mu$ L；

m:由万分之一天平称取的 10.00mL 液体的准确重量，单位为 g；

10.00: 取液体积，单位为 mL。

经测试，异丙醇、原料和汽提溶液的密度如下表：

样品名称	V/mL	m/g	密度(g/mL)	平均值 (g/mL)
异丙醇	10.00	7.7495	0.77495	0.7750
	10.00	7.7497	0.77497	
	10.00	7.7506	0.77506	
原料	10.00	9.0085	0.90085	0.8984
	10.00	8.9906	0.89906	
	10.00	8.9521	0.89521	

### 3.3 异丙醇溶液配制

50% (v/v) 异丙醇溶液：使用移液管准确吸取 50.00mL 异丙醇溶液转移至 100mL 的容量瓶中，用异辛烷溶液定容至 100mL。

25% (v/v) 异丙醇溶液：使用移液管准确吸取 25.00mL 异丙醇溶液转移至 100mL 的容量瓶中，用异辛烷溶液定容至 100mL。

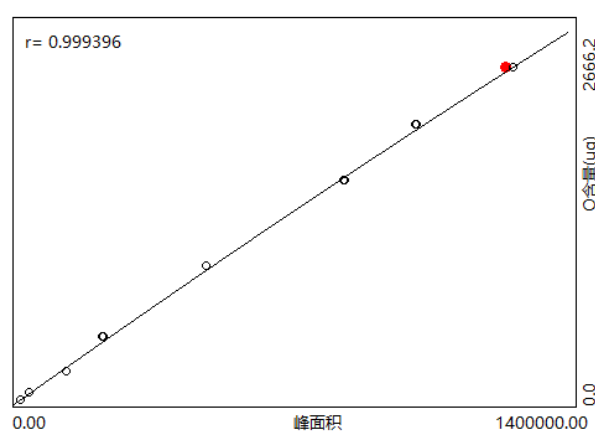
10% (v/v) 异丙醇溶液：使用移液管准确吸取 10.00mL 异丙醇溶液转移至 100mL 的容量瓶中，用异辛烷溶液定容至 100mL。

5% (v/v) 异丙醇溶液：使用移液管准确吸取 5.00mL 异丙醇溶液转移至 100mL 的容量瓶中，用异辛烷溶液定容至 100mL。

### 3.4 仪器校准

使用 25 $\mu$ L 微量注射器吸取 5% (v/v) 异丙醇溶液 (5 $\mu$ L)、10% (v/v) 异丙醇溶液 (5 $\mu$ L)、25% (v/v) 异丙醇溶液 (5 $\mu$ L)、50% (v/v) 异丙醇溶液 (5 $\mu$ L) 和异丙醇溶液 (5 $\mu$ L、10 $\mu$ L 和 12 $\mu$ L) 共七个点用于制作标准曲线，其中每个点进三针。将设置测试序列，选择相应方法进行测试，对 O 元素建立校准曲线，校准曲线的线性相关系数 R 应大于 0.999。

以不同浓度异丙醇溶液绘制的“峰面积-O 含量”的标准曲线如图一所示：



图一 不同浓度异丙醇溶液绘制“峰面积-O 含量”的标准曲线

为避免仪器状态波动对结果产生影响，每日测试样品前仍需要使用异丙醇溶液进行日常系数校正。

### 3.5 上机测试

异丙醇溶液（用以计算日常系数）：使用 25 $\mu$ L 微量注射器准确吸取 10 $\mu$ L 异丙醇溶液，样品开始分析后等待 60s 将液体样品通过液体进样器快速注入仪器中测试。

原料：使用 25 $\mu$ L 微量注射器准确吸取 20 $\mu$ L 航空煤油原料，样品开始分析后等待 60s 将液体样品通过液体进样器快速注入仪器中测试。

设置仪器测试序列，并选择相应的方法，仪器方法设置如下表：

方法名称	O 模式 1mg	O 模式 2mg	O 模式 3mg	O 模式 5mg
O 延时/s	160	180	240	300
O <sub>2</sub> _L	35	35	35	35
O <sub>2</sub> _H	200	200	200	200
自动归零/s	20	20	20	20

备注：用以计算日常系数的异丙醇溶液可以根据待测样品中实际的氧总量来调整取样体积和浓度，尽量保证用以计算日常系数的异丙醇溶液的氧总量与待测样品氧总量接近，来更好地进行每日日常系数校准。

### 3.6 异丙醇溶液及样品体积与质量转换

仪器输入样品信息时需要输入样品重量，异丙醇溶液和样品的体积与质量转换及方法选择如下表：

样品名称	取样体积/ $\mu$ L	质量/mg	方法名称
异丙醇溶液	5	3.8750	O 模式 5mg
异丙醇溶液	10	7.7500	O 模式 5mg
异丙醇溶液	12	9.3000	O 模式 5mg
50% (v/v) 异丙醇溶液	5	1.9375	O 模式 3mg
25% (v/v) 异丙醇溶液	5	0.9688	O 模式 2mg
10% (v/v) 异丙醇溶液	5	0.3875	O 模式 2mg
5% (v/v) 异丙醇溶液	5	0.1938	O 模式 1mg
原料	20	17.9680	O 模式 5mg

异丙醇溶液及样品体积与质量转换公式如下：

$$m = \rho \times V \times \text{稀释百分比}$$

m:液体样品按照取样体积、密度和稀释百分比获得的质量，单位为 g；

$\rho$ :溶液密度，单位为 g/mL 或 mg/ $\mu$ L；

V: 微量注射器吸取的液体体积，单位为 $\mu$ L；

稀释百分比：以 50% (v/v) 异丙醇溶液为例，稀释百分比为 50%。

#### 四、实验数据

经过分析检测，航空煤油中的 O 含量如下表：

样品名称	重量(mg)	O 含量(%)	平均值 (%)	SD (%)
原料	17.968	12.148	11.983	0.143
	17.968	11.893		
	17.968	11.909		

#### 五、注意事项

##### 5.1 取样及进样注意事项

①选择状态良好的微量注射器：将液体样品从微量注射器中快速打出时，微量注射器针口位置不能留有液滴，则表明该微量注射器良好。除此之外，微量注射器需要气密性良好且针头完整，否则需要更换微量注射器。

②充分均匀样品并排除气泡：对于均匀性比较差的样品（例如原料样品），取样前需充分混匀，为避免剧烈摇动样品过程中瓶中的空气混入样品，因此可取适量摇匀后的样品于 2mL 的离心管中，置于超声机中超声，样品充分均匀的同时还能排除液体中混杂的气泡。

③清洗微量注射器：每次进样前，用样品溶液反复冲洗进样针（至少 5 次以上），确保无残留。必要时可超声清洗进样针。

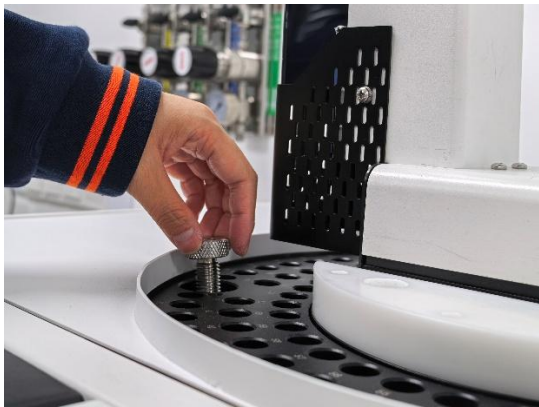
④取样手法：抽取比需要量稍多的样品，针尖朝上，排除气泡和多余液体，精确调整至所需体积。

⑤进样手法：一手扶住进样口机身，另一手持针，以垂直、果断的动作穿刺隔垫，迅速推杆到底，注入样品，等待约 1 秒钟，迅速拔出针头。

## 5.2 液体进样器隔垫维护

①液体进样器隔垫维护周期：液体进样器隔垫维护周期为 50 次，即连续进样 50 次后需要更换隔垫，避免隔垫老化漏气，造成结果偏差。

②更换液体进样器隔垫：如图二所示，逆时针旋转液体进样器，将液体进样器取下。用镊子将红色的隔垫（如图三所示）取下，更换上新的隔垫。再顺时针将液体进样器上紧。上紧液体进样器后需对仪器进行检漏，以确定液体进样器安装完善。



图二 旋下液体进样器



图三 更换隔垫

## 5.3 测试结果偏差及误差分析

①手动取样操作是精密度与准确度的首要影响因素，也是误差的主要来源，因此需要按照上文中的“取样及进样注意事项”来选择状态良好的微量注射器，充分均匀样品并排除气泡，充分清洗微量注射器避免交叉污染，并保持操作手法的一致性（如液面调节、推杆速度）。

②密度测定的准确性是系统偏差的来源之一。为提高密度测量的准确性，需要规范移液操作并确保容量器皿的精确度。

③溶剂纯度是潜在的偏差来源。因此建议实验过程中使用分析纯或更高纯度的异丙醇溶液和异辛烷溶液。

## 六、结论

本应用方案表明，采用 E500 元素分析仪并加装专用液体进样口，结合手动进样方式，能够有效用于航空煤油及其工艺产物中氧含量的测定。实验数据证实，该方法具有较好的重复性，对航空煤油原料样品三次平行测定的标准偏差（SD）为 0.143%，显示了良好的测试精密度。

E500 元素分析仪在此应用中展现出显著优势：

**高效准确：**基于高温燃烧-红外检测原理，样品中的氧元素被定量转化并检测，分析速度快，结果准确可靠。

**前处理简单：**液体直接进样模式避免了复杂的样品前处理，减少了潜在误差和样品损失。

**操作便捷：**方法线性范围宽，校准曲线线性优异（ $R > 0.999$ ），便于方法的建立与应用。

综上所述，E500 元素分析仪结合液体进样技术，为航空燃料生产过程中原料监控与工艺评价提供了一种快速、精确、可靠的氧含量分析方案，具有良好的实用价值。