

# 非分散红外法测定增压输送管路表面残留油脂含量

武英英 许恒庭 陈莉 吴宏 刘维丽

(上海航天精密机械研究所, 上海 201600)



**摘要:** 建立了以非分散红外法测定水中油类物质方法为依据, 结合增压输送管路实际特征, 测定增压输送管路表面残留油脂含量的方法, 并研究了其可行性。用脱脂棉球蘸取萃取剂六氟四氟丁烷擦拭增压输送管路表面, 挤出样液至容量瓶中, 后定容至 50ml, 以浓度为 200mg/L 的 B 重油标液做量程校准溶液, 六氟四氟丁烷萃取剂做零点校准溶液, 测试样品, 根据测试结果评价产品表面清洁度, 并在测试后用氧化铝、活性炭回收萃取剂, 减少对环境负担。测得该方法检出限为 0.04mg/L, 测得空白加标回收率为 85.6%~95.8%, 试验结果验证了本方法的可行性。

**关键词:** 红外法; 增压输送管路; 残留油脂; 可行性

## Determination of Residual Oil Content on Pressurized Supercharged Pipeline Surface by Non-dispersive Infrared Method

Wu Yingying Xu Hengting Chen Li Wu Hong Liu Weili

(Shanghai Spaceflight Precision Machinery Institute, Shanghai 201600)

**Abstract:** Based on the non-dispersive infrared method for the determination of oil in water and the actual characteristics of the pressurized pipeline, a method for the determination of residual oil content on the surface of the pressurized pipeline is established and its feasibility is studied. Use absorbent cotton ball dipped in the extracting agent S-316 to wipe the surface of pressurized conveying pipeline, extrude the sample solution into a volumetric bottle, and then constant volume to 50ml, the sample was tested of using B heavy oil standard liquid with a concentration of 200mg/L as the span calibration solution, while using the S-316 extraction agent as the zero-point calibration solution. The surface cleanliness of the product was evaluated according to the test results, and the extraction agent was recovered with alumina and activated carbon after the test to reduce the environmental burden. The detection limit of this method was 0.04mg/L, and the recovery rate of the blank addition was 85.6%~95.8%. The test results verified the feasibility of this method.

**Key words:** infrared method; pressure line; residual oil; feasibility

### 1 引言

航天产品发动机增压输送系统管路(包括液氧输送管、增压管、排气管等)作为液氧燃料输送系统,工作时与氧充分接触,而增压输送管路制造工艺中涉及多道工序,加工及转运过程中可能引入油类物质,随着型号产品对表面多余物的控制要求日趋严格,对

该类管路表面提出除油脱脂要求,除油脱脂后实验室含油量检测将作为增压输送系统除油脱脂效果日常监测的必要手段。

非分散红外分光光度法,稳定性好,灵敏度较高,测定结果受标准油品及样品中油品影响小,根据油类由烃类组成的原理,油分中的(-CH<sub>2</sub>-)、(CH<sub>3</sub>)等在波长 3100~2800cm<sup>-1</sup>附近会因烃类特有的伸缩振动

作者简介: 武英英(1986), 工程师, 矿物加工工程专业; 研究方向: 非金属性能测试技术。

收稿日期: 2020-01-15

产生吸收峰,通过计算上述波长范围内的红外线吸收情况可得到油分浓度<sup>[1~3]</sup>。

## 2 实验材料及方法

### 2.1 主要仪器和试剂

HORIBA OCMA-550 油分浓度分析仪;石英比色皿(20mm);六氯四氟丁烷(S-316),HORIBA公司自制,萃取剂;B重油量程校准标液:200mg/L,取50.0mg的B重油于250mL容量瓶中,用S-316定容至250mL并摇匀,使用时稀释到所需浓度即可;玻璃漏斗、100mL烧杯、50ml磨口瓶、250ml容量瓶、滴管、微升注射器、脱脂纱布。

### 2.2 试验方法

#### 2.2.1 取样

以氧导管为例,在通风环境下操作人员在脱脂处理后的管路内表面上取样,每部分至少取三处,将50ml萃取剂S-316倒入烧杯中备用,用脱脂纱布浸泡萃取剂S-316后擦拭氧导管内表面,同一部位反复擦拭多次,用定量滤纸(拦截颗粒8mm),将挤出的萃取液用玻璃漏斗过滤到50ml的容量瓶中,最后在以少量的萃取剂清洗脱脂纱布,最后定容至50ml,随后将样品转移至磨口瓶待测<sup>[4]</sup>。

#### 2.2.2 校准溶液配制

建议带测量的油型作为校准油,管路加工过程涉及机加工、焊接、钣金和表面处理等过程,不确定表面残余油脂类型,所以选择具有代表性的石油类标准油品B重油作为校准油。

油标制作,通常按照试样测定值的2倍浓度制备标液,增压输送管路设计要求含油量 $\leq 125\text{mg}/\text{mm}^2$ ,根据设计指标要求选择配制标液浓度200mg/L,几种

常见的量程标液配比见表1。

表1 不同浓度的量程标液配比

量程标液浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	容量瓶体积/mL	B重油重量/mg
200	250	50
200	200	40
50	100	5
20	250	5

### 2.2.3 测试过程

为减少仪器稳定性对基线漂移的影响,开机后至少暖机30min,使用萃取剂S-316作为零点标液测空白样,预先用萃取剂振荡洗涤玻璃器具而后比色皿并干燥,用萃取剂清洗滤纸脱除有机物并干燥。取6.5ml萃取剂S-316注入比色皿中,如有气泡轻摇除去即可,零点校准。

取6.5ml量程标液加入比色皿,选择量程校准,直至机器页面稳定显示200mg/L,表示量程校准完成。加入6.5ml待测样品至比色皿,选择稳定测量,至结果输出完成测试。

## 3 结果与讨论

### 3.1 测试方法改进

水质中油类物质测定方法<sup>[5~6]</sup>,即样品为水样,萃取后测定,而增压输送管路为大型零组件,浸泡不可行,改用直接在管路表面用萃取剂擦拭取样,继而测定表面残余油。

另外,标准中规定萃取剂为使用四氯化碳,对环境及操作工人危害较大,本实验中选择环保型萃取剂S-316,其在 $3.4\mu\text{m}$ 至 $3.5\mu\text{m}$ 附近吸收较少,因此可通过检测该段波长范围的红外线吸收,准确地检测到经过萃取的油分浓度,关于S-316的红外吸收谱见图1<sup>[7]</sup>。

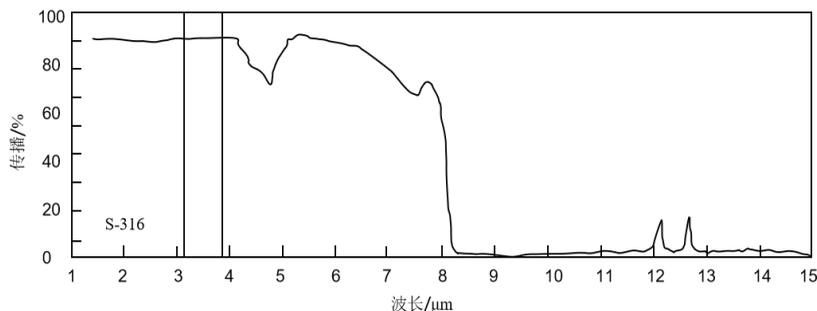


图1 S-316萃取剂的红外吸收谱

### 3.2 方法检出限的测定

配置7组浓度为0.5mg/L的低浓度标准油液进行

测定，测试结果见表 2。根据方法检出限计算依据  $MDL=3.14S_b$ ，算得方法检出限估计值为  $0.04\text{mg/L}$ ，满足国家标准 HJ 637—2012 所规定的油类物质检出限不大于  $0.04\text{mg/L}$  的要求，该检测过程符合实验室质量控制要求。方法检出限测定的意义在于能够精准判断样品中是否存在浓度高于空白的待测物质。

表 2 方法检出限测定  $\text{mg/L}$

编号	标液测定值 $X_b$
1	0.51
2	0.52
3	0.49
4	0.48
5	0.52
6	0.51
7	0.50
平均值 $X_b$	0.51
标准偏差 $S_b$	0.014
方法检出限 $MDL$	0.04

### 3.3 空白加标回收率测定

表 3 B 重油加标回收率测定 ( $50\text{mg/L}$  重油标品)

序号	加入量/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	测定值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	回收率/%
1	50.0	45.1	90.2
2	50.0	47.9	95.8
3	50.0	46.2	92.4
4	50.0	45.7	91.4
5	50.0	46.7	93.4
6	50.0	44.8	89.6
7	50.0	47.3	94.6
8	50.0	46.5	93.0
9	50.0	45.6	91.2
10	50.0	44.9	89.8

分别配置  $50\text{mg/L}$  和  $100\text{mg/L}$  重油标品进行加标回收率测定，结果见表 3、表 4。

表 4 B 重油加标回收率测定 ( $100\text{mg/L}$  重油标品)

序号	加入量/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	测定值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	回收率/%
1	100.0	93.5	90.2
2	100.0	89.6	95.8
3	100.0	91.7	92.4
4	100.0	92.3	91.4
5	100.0	92.8	93.4
6	100.0	88.3	89.6
7	100.0	90.4	94.6
8	100.0	87.9	93.0
9	100.0	94.7	91.2
10	100.0	95.1	89.8

$50\text{mg/L}$  的标品空白加标回收率在  $85.6\%\sim 95.8\%$  之间， $100\text{mg/L}$  的空白标品加标回收率在  $87.9\%\sim 95.1\%$  之间；根据 HJ 637—2012 中规定符合目前实验室质量保证和质量控制所规定的空白加标回收率为  $78\%\sim 103\%$ ，在实际测试过程中，若空白加标回收率均能控制在  $85.6\%\sim 95.1\%$  之间，则可以保证样品处于受控状态，加标回收率满足标准要求。使用空白测定是为了控制样品分析中所使用的玻璃器皿及化学试剂对样品测定的干扰。

### 3.4 样品分析

氧导管取样位置应均匀分布并具有代表性，重点对不易清洗的部位取样。取样数量原则上按照产品的结构及体积而定，氧导管为管型规则样，可在管上中下各选取 3 个取样点，取样面积不小于  $100\text{mm}^2$ 。由于设计文件要求单位与仪器输出单位不一致，用取样量和取样面积进行换算，取样面积均为  $\Phi 220\text{mm}\times 60\text{mm}$ ，取样量为  $25\text{mL}$ ，测试结果见表 5。

表 5 氧导管脱脂样品有效分析结果

测试项目	上部			中部			尾部		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
残留油脂含量/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	19.3	13.8	16.4	22.4	17.4	16.9	29.1	28.5	26.0
残留油脂含量/ $\text{mg}\cdot\text{mm}^2$	11.6	8.3	9.9	13.5	10.5	10.2	17.6	17.2	15.7

测试结果显示均远小于产品要求值  $125\text{mg/m}^2$ ，考虑降低量程校准溶液浓度，提高测试准确性，在测试过程中出现超标情况，经分析为脱脂剂残留，脱脂剂中含有丙酮，红外吸收峰与油脂及萃取剂重合导致测量结果超标，脱脂后吹扫晾干后测试数据显示正常。

## 4 结束语

a. 方法检出限和重油加标回收率测定作为非分散红外法油类监测的质量控制手段，如满足相关标准要求，证明此方法可行。

(下转第 28 页)