

## 沥青样品中氯化物的提取

用于确定沥青样品中盐含量的微波辅助溶剂萃取方法是相当耗时且耗费成本的既定方法（例如 ASTM D6470, D-3230 或 IP 77/72）的有效替代方法。



### 1 介绍

对于石油化工公司而言，准确测定石油化工产品（例如原油和沥青）中的盐含量至关重要。氯化钠的存在在运输和随后的精制过程中引起一些问题，例如运输管线中的腐蚀，结垢和催化剂失活。

由于这些原因，炼油厂采用各种脱盐工艺和分析测试来测量原油和相关石化产品中的盐和水含量。

测定原油和相关石化产品中盐分的常规和标准化测试已得到很好的建立，但众所周知它很复杂且劳动强度大且费时。

标准方法（例如 ASTM D-6470 和 D-3230 以及 IP 77/72）效率低下，不适用于多种石化样品。ASTM D-6470 和 IP 77/72 涉及在大气条件下与滴定法或电位法测量相结合地提取水溶性氯化物。

将这些方法应用于含有大量水或溶剂的高粘度石化产品可能会导致结果变化不定和错误。

常规测试的主要局限性可以总结如下：

- 很高的溶剂消耗
- 萃取温度限制在溶剂混合物的沸点
- 费力地设置常规玻璃器皿（圆底烧瓶，回流冷凝器等）
- 粘度和水含量不同的石化产品的适用范围有限
- 缺少反应参数文档

该报告描述了微波辅助溶剂萃取的适用性，方法是在几天内处理各种沥青样品，然后进行氯离子的测定。

### 2 仪器

微波辅助提取步骤使用 Multiwave 5000 的前身 Multiwave PRO SOLV 进行，该设备配备了转子 8NXQ80 和转子 16HF100。

使用相同的转子和安全模块 SOLV，这些方法适用于 Multiwave 5000。

用 Metrohm 761 紧凑型离子色谱系统分析提取的水相中的氯含量。



Figure 1: Multiwave 5000

### 3 试验

#### 3.1 样品

在 10 天的时间内每天处理两个稀释的沥青样品，这些样品具有不同的基质组成。这些样品由一家大型跨国石化制造商提供。事先通过基于 IP 77/72 的常规提取方法确定了两个沥青样品的已知氯化物含量。

| 组分  | 含量 [%]  |
|-----|---------|
| 沥青  | 50 - 70 |
| 石脑油 | 35 - 45 |
| 二甲苯 | 1 - 3   |
| 甲苯  | 1 - 2   |
| 水   | 0 - 3   |

Table 1: 稀释沥青样品的平均化学成分

#### 3.2 实验程序

##### 3.2.1 基于 IP 77/72 的常规提取技术

约将 40g 稀释的沥青样品称量到 1L 锥形瓶中。加入 120mL 甲苯和 100mL 去离子水后，将反应混合物连续回流 2 小时。

收集来自冷却的水层的馏分，过滤，并分析氯含量。

##### 3.2.2 微波辅助提取技术

大约将 2-3 g 稀释的沥青样品直接称量到每个 NXQ80 容器中。加入 10 克甲苯和 12.2 克去离子水后，添加 PTFE 涂层的搅拌棒以促进有效的相混合。

关闭容器，装入转子，并执行以下功率程序：

|   | 步骤 | 功率 [W] | 时间 [min] | 风扇 | 搅拌 |
|---|----|--------|----------|----|----|
| 1 | 爬升 | 900    | 15:00    | 1  | 高  |
| 2 | 保持 | 900    | 90:00    | 1  | 高  |
| 3 | 冷却 | 0      | 15:00    | 3  | 关  |

Table 2: 转子 NXQ80 使用的功率程序

根据测得的 NXQ80 的最大反应参数（40 bar 和 210°C），我们建议使用以下温度程序作为将该方法转移到配备 p / T 传感器的 16HF100 转子的起点：

|   | Step    | Temp. [°C]* | Time [min] | Fan | Stirring |
|---|---------|-------------|------------|-----|----------|
| 1 | Ramp    | 240         | 30:00      | 1   | high     |
| 2 | Hold    | 240         | 80:00      | 1   | high     |
| 3 | Cooling | 70          | 0:00       | 3   | off      |

\*p/T Sensor

Table 3: 16HF100 转子的推荐温度程序

冷却后，收集每个反应容器水层中的馏分，用于随后通过离子色谱法进行氯离子分析。

### 4 结果

表 4 显示了微波辅助溶剂萃取和常规萃取之间氯浓度的比较

|                                 | 样品 1  | 样品 2  |
|---------------------------------|-------|-------|
| IP 77/72 [mg/ml]                | 14.2  | 24.1  |
| Mean, MWPRO SOLV (n=10) [mg/ml] | 14.3  | 25.0  |
| Min, MWPRO SOLV (n=10) [mg/ml]  | 12.7  | 22.9  |
| Max, MWPRO SOLV (n=10) [mg/ml]  | 15.9  | 27.7  |
| s, MWPRO SOLV (n=10) [mg/ml]    | 0.9   | 1.3   |
| Mean recovery [%]               | 100.4 | 103.7 |

Table 4: 微波辅助萃取回收氯化物

两种提取方法后获得的氯化物浓度对于两种样品都彼此适合。

微波辅助萃取还具有良好的重复性，所有结果均在平均结果的 2 个标准差之内：

样品 1: 2s = 1.8 mg/L, 95 % 置信度;

样品 2: 2s = 2.6 mg/L, 95 % 置信度

## 5 结论

微波辅助溶剂萃取是可行的  
替代常规标准化  
从沥青中提取盐的方法学。

可以实现的主要好处包括：

- 大幅减少有机溶剂的使用
- 在密闭容器中快速处理：萃取不限于溶剂混合物的沸点
- 高通量（同时最多 16 个样品）
- 高效的搅拌可确保样品与溶剂之间的适当接触，因此可处理多种石化样品基质
- 完全控制和记录反应参数可确保高度可重复性和重现性
- 高安全标准



**Contact Anton Paar GmbH**

Tel: +43 316 257-0

asc@anton-paar.com | [www.anton-paar.com](http://www.anton-paar.com)