

MARIAN TANIEWSKI, GINTER OTREMBIA

Katedra Technologii Chemicznej Organicznej

ANALIZA CHROMATOGRAFICZNA GAZÓW POPIROLITYCZNYCH

Gazy otrzymywane w procesach termicznego rozkładu węglowodorów są wieloskładnikowymi mieszaninami zawierającymi węglowodory nasycone i nienasycone od C_1 do C_5 i wyżej oraz pewne ilości wodoru i powietrza. Złożoność analizowanej mieszaniny oraz podobne własności niektórych jej składników (np. izomerycznych butenów) w znacznym stopniu utrudniają wykonanie pełnej analizy gazu.

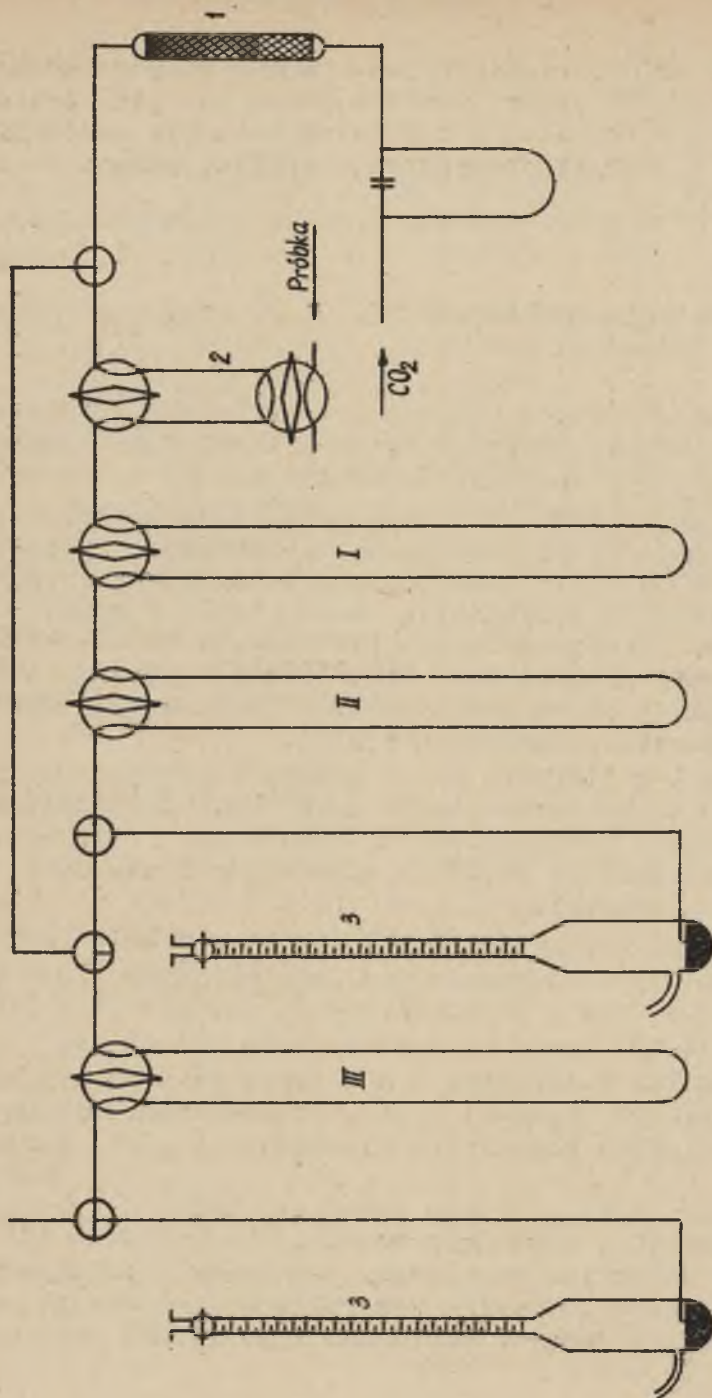
W wyniku przeprowadzonych prób zbudowano zmodyfikowany trójkolumnowy chromatograf typu Janaka, nadający się właśnie do analizy złożonych mieszanin gazów węglowodorowych. Schemat aparatu przedstawia rys. 1.

Kolumna I o długości 1 m i średnicy wewnętrznej 5 mm wypełniona czteroizobutylenem (20% wag.) osadzonym na ziemi okrzemkowej (uziarnienie 0,14–0,18 mm) przeznaczona jest do oddzielenia ciężkich składników mieszaniny (węglowodory C_5 i wyższe).

Kolumna II o długości 1 m i średnicy 7 mm z nałożonym uzwojeniem grzejnym wypełniona jest aktywnym tlenkiem glinu (0,15–0,20 mm) i przeznaczona do rozdzielania mieszaniny węglowodorów C_2 – C_4 na poszczególne składniki.

Kolumna III o długości 2 m i średnicy 4 mm wypełniona węglem aktywnym (0,20–0,30 mm) przeznaczona jest do rozdziału lżejszych składników mieszaniny (wodór, powietrze, metan).

Jako gazu nośnego użyto dwutlenku węgla o czystości ponad 99,995% CO_2 , uprzednio osuszonego w osuszce (1) wypełnionej chlorkiem wapniowym. Gaz nośny pochłaniano w ok. 50%-owym wodnym roztworze wodorotlenku potasowego w specjalnych kalibrowanych biuretach (3). Próbkę gazu o obję-



Rys. 1. Schemat chromatografu

tości 1-10 cm³ wprowadzono przy pomocy układu dozującego (2). W przypadku próbek zawierających gaz pod zmniejszonym ciśnieniem stosowano specjalną technikę dozowania.

Typowy sposób przeprowadzenia analizy podano w tabelicy 1.

Tablica 1

| Czas [min] | Natężenie przepływu [cm ³ /min] | Temp. kol.II [°C] | Uwagi |
|---------------|--|-------------------------|---|
| 0 - 3 | 25 | 30 | Kolumny I, II i III połączone szeregowo. |
| 3,15 | 25 (kol.I i II) 50 (kol. III) | 30 | Włączenie kolumny III równoległe do układu połączonych szeregowo kolumn I i II. |
| 6 | 50 (kol. II) 50 (kol.III) | 30 | Wyłączenie kolumny I. Zwiększenie przepływu gazu nośnego przez kolumnę II. Włączenie ogrzewania kolumny II. |
| 12 | - | - | Zakończenie wywoływania kolumny III. |
| 6-47 | 50 (kol. II) | 30/100 | Ogrzewanie kolumny II z szybkością 0,7 °C/min do 35 min a następnie z szybkością 4 °C/min. |
| 47 | - | - | Zakończenie wywoływania kolumny II. |

Czasy wyjścia poszczególnych składników z kolumn są następujące: H₂ (początek 2 min 20 sek - koniec 3 min 10 sek), powietrze (3 min 30 sek - 3 min 50 sek), CH₄ (7 min - 9 min), C₂H₆ (3 min 20 sek - 4 min), C₂H₄ (5 min - 6 min), C₃H₆ (12 min - 15 min) i-C₄H₁₀ (15 min - 16 min), n-C₄H₁₀ (16 min - 17 min), C₂H₂ (18 min - 19 min), 1-C₄H₈ (30 min - 34 min), i-C₄H₈ (34 min - 37 min) 2-C₄H₈ (38 min - 41 min), 1,3-C₄H₆ (45 min - 47 min).

Błąd bezwzględny analizy próbki gazu o objętości ok. 10 cm³ wynosi 0,05-0,1%.

Opisany aparat znalazł zastosowanie do analizy gazów z pirolizy różnorodnych gazowych i ciekłych surowców węglowodorowych.