

Bolesław JAROCKI, Wiesława SPECJAŁ
Katedra Technologii Nafty i Paliw Płynnych

CHROMATOGRAFICZNE OZNACZANIE STOSUNKU WAGOWEGO
INDYWIDUALNYCH N-PARAFIN WE FRAKCJACH NAFTY

W związku z badaniami nad wydzielaniem czystych n-parafin przy pomocy mocznika, prowadzonych w Katedrze Technologii Nafty i Paliw Płynnych, podjęto prace analityczne zmierzające do ustalenia metodyki oznaczania n-parafin w surowcach i produktach ich rozdziału. Adaptacja metody objętościowej oznaczania n-alkanów przy pomocy sit cząsteczkowych rozwiązała problem oznaczania sumarycznej zawartości tych węglowodorów [1, 2]. Rozwiązanie problemu oznaczania indywidualnych oparto o metodę The British Petroleum Company Ltd., B P Research Centre, Sunbury-on-Thames, Middlesex [3]. Metoda ta polega na adsorpcji n-parafin na sitach cząsteczkowych 5A w temperaturze 300°C, z próbki zawierającej wzorec wewnętrzny, i na chromatograficznym oznaczeniu n-parafin w adsorbacie. Wybór tej właśnie metody był podyktowany możliwością uniknięcia trudności w interpretacji chromatogramów, na jakie natrafia się podczas oznaczania indywidualnych n-alkanów w wieloskładnikowych mieszaninach węglowodorów różnych typów, metoda różnicową [4].

Podstawowym zadaniem podjętej pracy było zbadanie możliwości wykonywania oznaczeń przy użyciu chromatografu gazowego produkcji NRD, A. Giede, typ 18.3, którego cechy techniczne różniły się od cech aparatu używanego w pracy angielskiej. Z uwagi na brak odpowiednich wzorców zrezygnowano z oznaczania n-parafin metodą wzorca wewnętrznego. Ograniczono się do oznaczeń stosunku indywidualnych

n-alkanów, mając na uwadze możliwość określania ich zawartości w próbkach w powiązaniu z wynikami metody objętościowej sit cząsteczkowych.

Adsorpcję prowadzono podobnie jak w metodzie angielskiej w kolumnach szklanych ϕ 3 mm, o długości 150 mm, wypełnionych sitami cząsteczkowymi 5A o granulacji 40-60 mesh. Zamiast skomplikowanego połączenia kolumny z doprowadzeniem azotu, wykonanego z metalu, z uszczelnieniami teflonowymi, kolumnę na wlocie rozszerzono, umożliwiając w ten sposób wprowadzenie korka teflonowego z rurką doprowadzającą azot. Próbkę zawierającą około 10 mg n-alkanów wstrzykiwano do warstwy celitu, umieszczonej nad sitami, przed nałożeniem korka. Ogrzewanie kolumny zachodziło w bloku aluminiowym z automatyczną regulacją temperatury. Rozkład sit przy pomocy 40-procentowego kwasu fluorowodorowego następował w butelkach z polietylenem poj. 10 ml, zaopatrzonych w korek wkręcany na gwint. Węglowodory po rozkładzie sit ekstrahowano przy pomocy 0,3 ml izooktanu.

Cechy aparatury i dobrane warunki oznaczeń w porównaniu z metodą angielską przedstawiono w tabelicy:

Lp.	Aparatura i warunki oznaczeń	Metoda angielska	Metoda własna
1	Chromatograf gazowy	Microtek 2000 R	A.Giede typ 18.3 prod. NRD
2	Kolumna	podwójna, ϕ 3 mm dł. 915 mm	pojedyncza, ϕ 4 mm dł. 3000 mm
3	Detektor	plłmieniowo- jonizacyjny	plłmieniowo- jonizacyjny
4	Wypełnienie kolumny	2,5% żywicy sili- konowej na celic- cie 60-100 mesh	2,5% Elastomeru E 301 na celicie 60-100 mesh
5	Programowanie tempera- tury	6,5°C/min	6°C/min

Cd. tablicy

Lp.	Aparatura i warunki oznaczeń	Metoda angielska	Metoda własna
6	Szybkości przepływu: a) gazu nośnego b) wodoru c) powietrza	He, 140 ml/min 50 ml/min 500 ml/min	N ₂ , 20 ml/min 20 ml/min 200 ml/min
7	Ilość próbki	1 μ l	2 do 5 μ l
8	Obliczanie powierzchni pól pików	automatyczne (integrator elektro-nowy)	planimetrowanie

Przy obliczaniu stosunku ilościowego n-parafin z powierzchni pól pików uwzględniano poprawki, ustalone metodą cechowania, na podstawie chromatogramów wzorcowej próbki mieszaniny, n-parafin.

Maksymalne różnice w oznaczeniach procentowych zawartości indywiduów w adsorbatach z dwu równoległych próbek wynosiły 1,7%.

LITERATURA

- [1] Kisielów W., Grochowska M., Rutkowska M.: Nafta (w druku).
- [2] Kisielów W., Grochowska M., Hofman L., Specjał W.: Nafta (w druku).
- [3] Mortimer J.V., Luke L.A.: Anal.Chim.Acta, 38, 119-126 (1967).
- [4] Brenner N.: Nature 181, 1401 (1958).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕСОВОГО СООТНОШЕНИЯ N-АЛКАНОВ В
КЕРОСИНОВЫХ ФРАКЦИЯХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

DETERMINATION OF INDIVIDUAL N-ALKANES WEIGHT RATIO IN KEROSENE
FRACTIONS BY GAS-LIQUID CHROMATOGRAPHY