



Нефтепродукты. Определение типов ароматических углеводородов в средних дистиллятах.

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции

Аннотация

Для анализа типов ароматических углеводородов в дизельном топливе и дистиллятах нефти, имеющих температуру кипения в диапазоне от 150 до 400 °С, широко используется метод, описанный в ГОСТ Р ЕН 12916-2008, для реализации которого используется ВЭЖХ-система, оснащенная рефрактометрическим детектором. Ароматические углеводороды разделяются по типам методом нормально-фазовой ВЭЖХ.

Введение

Оптимизация углеводородного состава дизельного топлива позволяет обеспечить требуемый уровень его качества, что встает во главу угла при производстве. Именно углеводородный состав определяет большинство таких важнейших качественных показателей ДТ как: воспламеняемость, смазывающие свойства, низкотемпературные характеристики, восприимчивость топлива к функциональным присадкам.

Метод анализа

ГОСТ Р ЕН 12916-2008: Нефтепродукты Определение типов ароматических углеводородов в средних дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции.



Оборудование и материалы

Хроматограф "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" в составе:

- Вакуумный дегазатор;
- Изократический насос;
- Ручной или автоматический дозатор;
- Термостат колонок;
- Детектор рефрактометрический.
- Хроматографическая колонка Agilent Zorbax NH₂ 250 мм × 4,6 мм Cat. # 880952-708
- Подвижная фаза – гептан.

На рисунке 1 приведена схема комплекса:

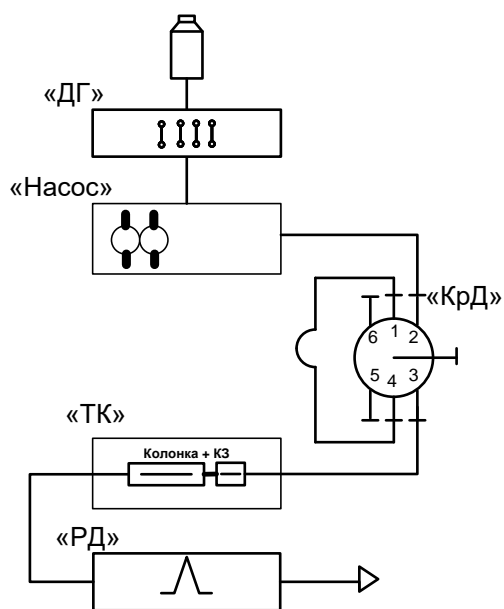


Рисунок 1 – Схема хроматографа

ДГ – дегазатор; Насос – насос изократический; КрД – кран-дозатор; ТК – термостат колонок; РД – детектор рефрактометрический; Колонка +КЗ – последовательно соединённые защитная и рабочая хроматографические колонки.

Режим анализа

Хроматограф

Время анализа 20 мин

Насос

Поток элюента 1 мл/мин

Термостат колонок

Температура 35 °С

Детектор

Температура ячейки 35 °С

Проведение анализа

В настоящей работе проводился анализ стандартных калибровочных смесей ароматических углеводородов в гептане, а также реальных образцов дизельного топлива. В хроматограф вводилась смесь объемом 10 мкл.

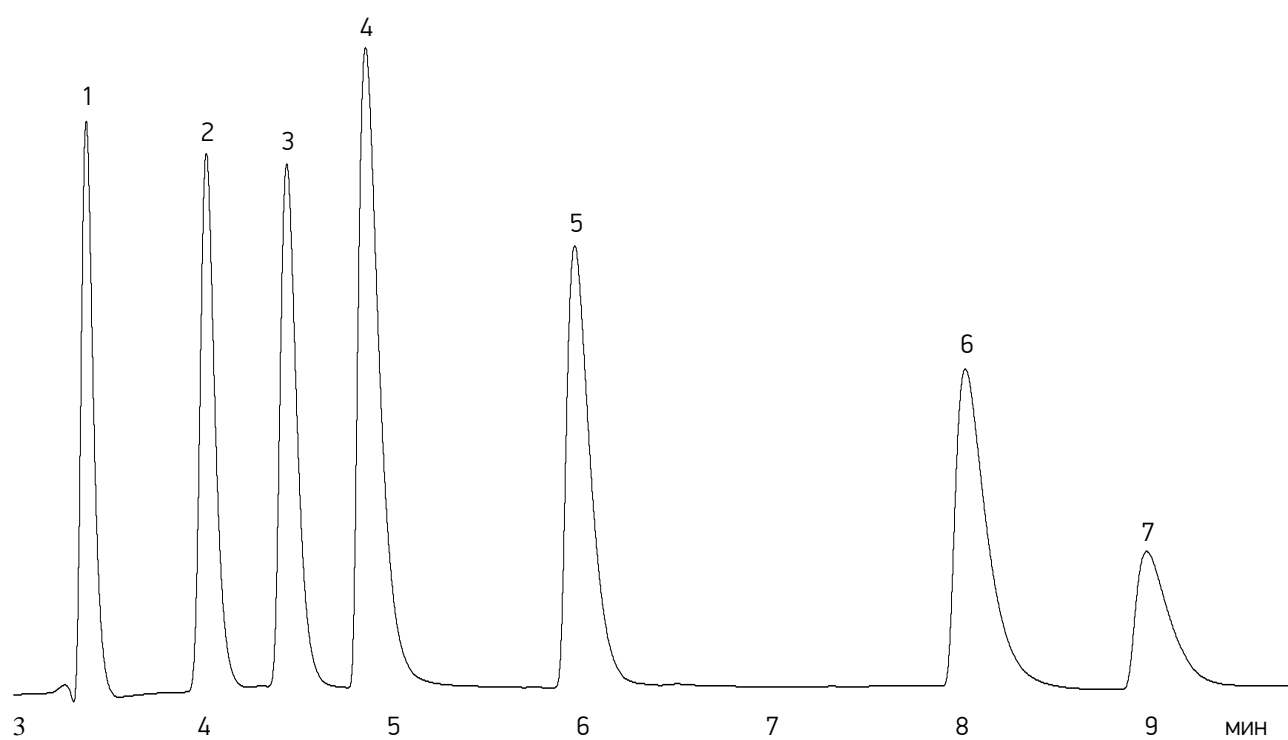
Результаты

На рисунках 2 и 3 представлены хроматограммы анализа стандартных смесей для проверки пригодности колонки для выполнения анализа. На хроматограмме пробы СКС1 получено разделение до нулевой линии всех компонентов, с разрешением между пиками циклогексана и о-ксилола, равным 7,6 (по требованию ГОСТ разрешение должно быть в диапазоне от 5,7 до 10). Хроматограмма пробы СКС2 показывает четкое разделение полиароматического компонента (хризена) от компонентов биодизельного топлива (метилловые эфиры жирных кислот).

На рисунке 4 приведена хроматограмма калибровочного раствора, где также наблюдается деление всех компонентов до базовой линии, что позволяет четко рассчитать точки перехода групп соединений в соответствии с ГОСТ.

Хроматограмма реальной пробы дизельного топлива приведена на рисунке 5.

Хроматограммы



1 Циклогексан

2 Фенилдодекан

3 1,2-диметилбензол

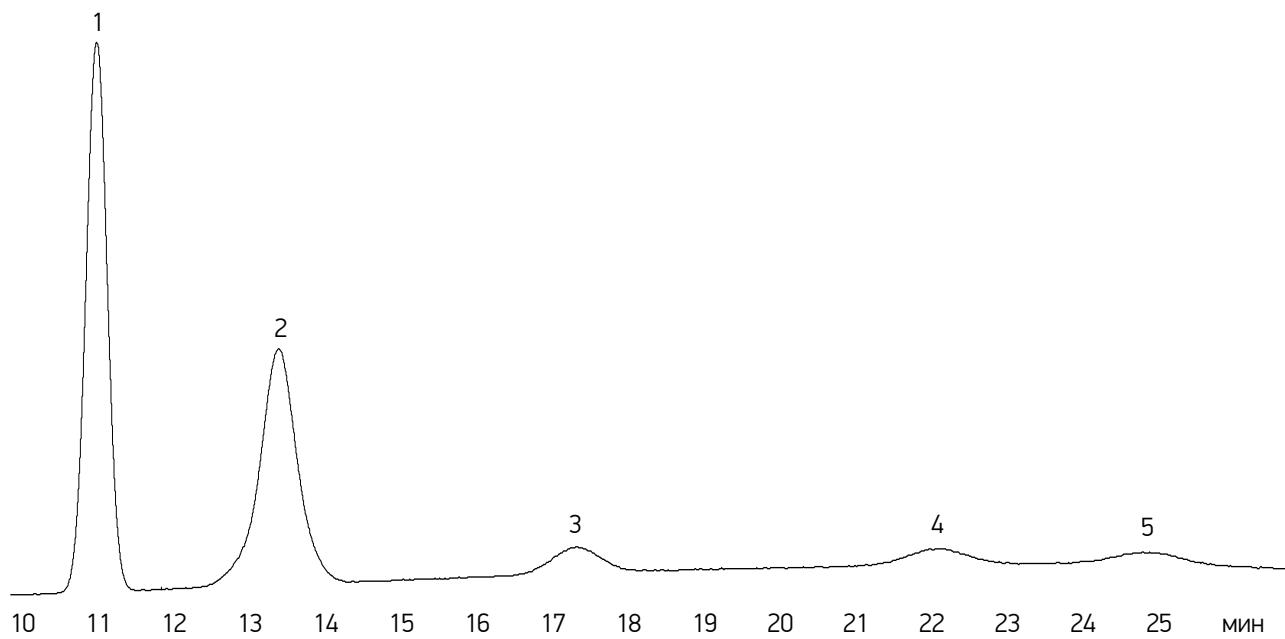
4 Гексаметилбензол

5 Нафталин

6 Дибензотиофен

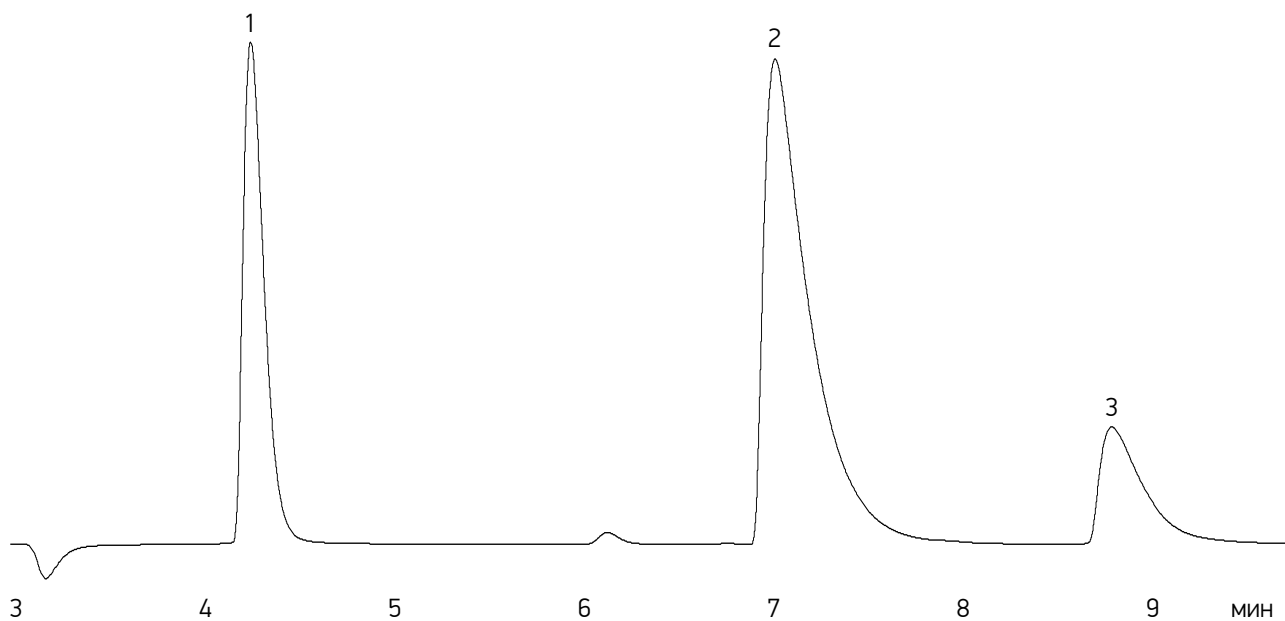
7 9-метилантрацен

Рисунок 2 – Анализ СКС1 на колонке Agilent Zorbax NH₂ (250 мм × 4,6 мм × 5 мкм)



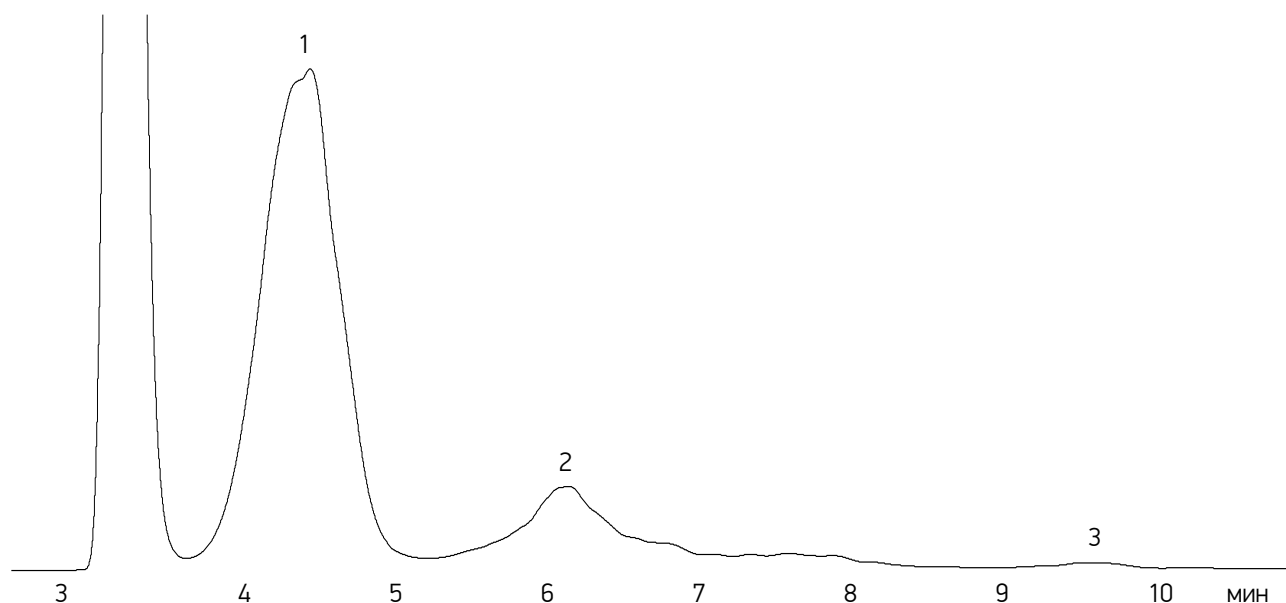
1	Хризен	4	FAME4
2	FAME1+2	5	FAME5
3	FAME3		

Рисунок 3 – Анализ СКС2 на колонке Agilent Zorbax NH₂ (250 мм × 4,6 мм × 5 мкм)



1	МАУ	3	FAME3
2	ДАУ	4	T+-AU

Рисунок 4 – Анализ градуировочного раствора В на колонке Agilent Zorbax NH₂ (250 мм × 4,6 мм × 5 мкм)



1	МАУ	3	FAME3
2	ДАУ	4	T+-AU

Рисунок 5 – Анализ пробы дизельного топлива на колонке Agilent Zorbax NH₂ (250 мм × 4,6 мм × 5 мкм)

Заключение

Эффективность системы Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014 соответствует требованиям ГОСТ 12916-2008 и позволяет использовать ее для анализа дизельного топлива и нефтяных дистиллятов. Использование колонки Agilent Zorbax NH₂ позволяет эффективно разделять моно-, ди- и три+-компоненты топлива. Идентификация компонентов осуществляется с помощью программы "Хроматэк Аналитик".