



Метод UOP 411-13. Определение содержания нормальных парафинов с помощью вычитательной газовой хроматографии

Введение

Данный метод вычитательной газовой хроматографии используется для определения общего содержания нормальных парафинов, содержания индивидуальных парафинов и общего содержания ненормальных парафиновых углеводородов в керосиновых и дизельных нефтяных дистиллятах.

Процесс основан на избирательной сорбции нормальных парафиновых углеводородов молекулярными ситами с диаметром пор 5 А.

Нижний предел количественного определения для отдельного нормального парафина равен 0,1% масс.

Методы анализа

1. UOP 411-13. Normal paraffins by subtractive gas chromatography. Standard by UOP LLC, A Honeywell Company.

Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000".
- Хроматографическая колонка DB-1 30*0.25*0.25 μm или другие аналогичные колонки
- Детектор ПИД
- Испаритель капиллярный
- Дозатор ДАЖ-3D
- Специализированное программное обеспечение "Chromatec Synchronizer UOP 411"



Режим анализа

Хроматограф	
Время анализа	60 мин
Колонка	
Поток газа-носителя	1,4 мл/мин
Расход сбросной	65 мл/мин
Температура колонки	
Изотерма 1 35 °C	0 мин 5°C/мин
Изотерма 2 275 °C	10 мин
Испаритель	
Температура испарителя	280°C
Детектор ПИД	
Расход водорода	20 мл/мин
Расход воздуха	200 мл/мин
Расход поддувного газа	20 мл/мин
Температура детектора	275°C
Объем пробы 0,2-0,5 мкл	

Экспериментальная часть

Проба поочередно анализируется на двух каналах. Оба канала сконфигурированы капиллярным испарителем, капиллярной колонкой и пламенно-ионизационным детектором. В испаритель одного из каналов помещается лайнер со стандартной набивкой, в другой – лайнер, набитый молекулярными ситами СаА для сорбции нормальных парафиновых углеводородов.

Пока по одному каналу пишется хроматограмма пробы, другой канал пишет бланк.

Бланк используется для компенсации индивидуальных помех каждого канала, что позволяет получить "чистый" сигнал пробы. Таким образом, индивидуальные помехи нивелируются, и сигналы пробы с разных каналов могут считаться идентичными.

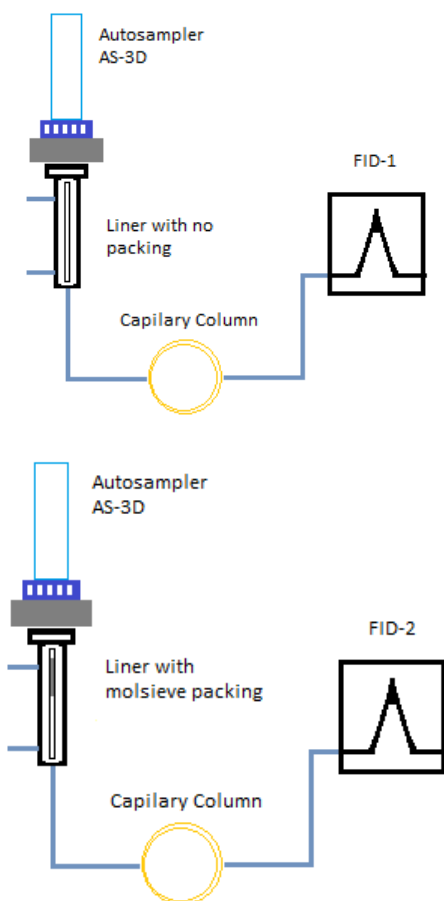


Рисунок 2 – Конфигурация прибора с двумя каналами

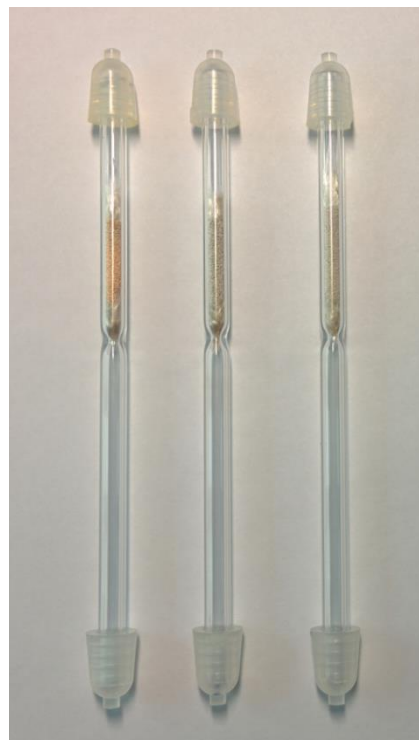
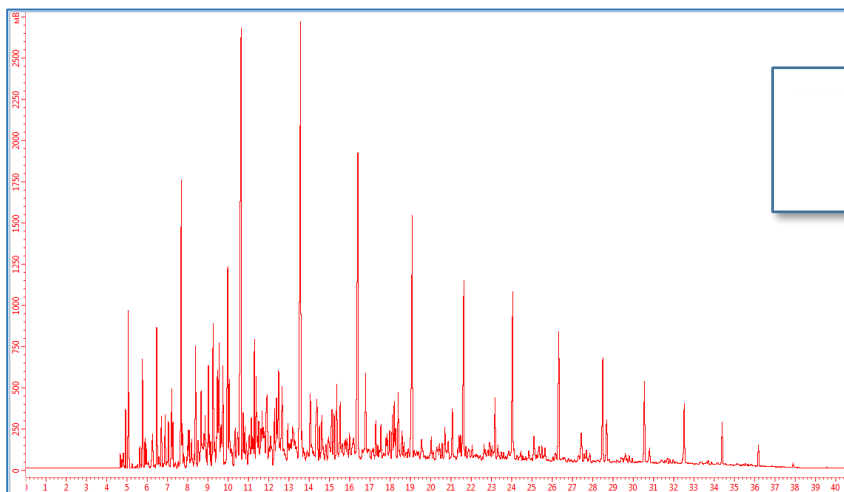


Рисунок 3 – Лайнера, заполненные молекулярными ситами

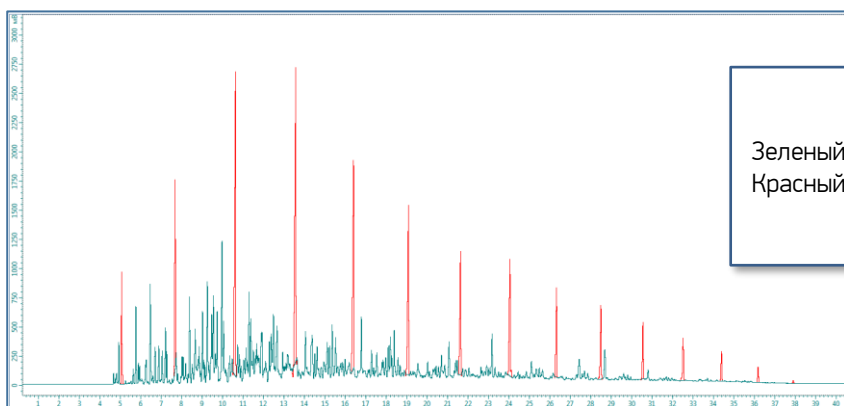
Расчет

Хроматограмма общей пробы, полученная по каналу с лайнером со стандартной набивкой, сравнивается с хроматограммой денормализованной пробы. Специализированное программное обеспечение "Chromatec Synchro UOP 411" автоматически выравнивает две хроматограммы по времени. После чего из первой хроматограммы вычитается вторая, так что масса каждого нормального парафина может быть определена количественно.

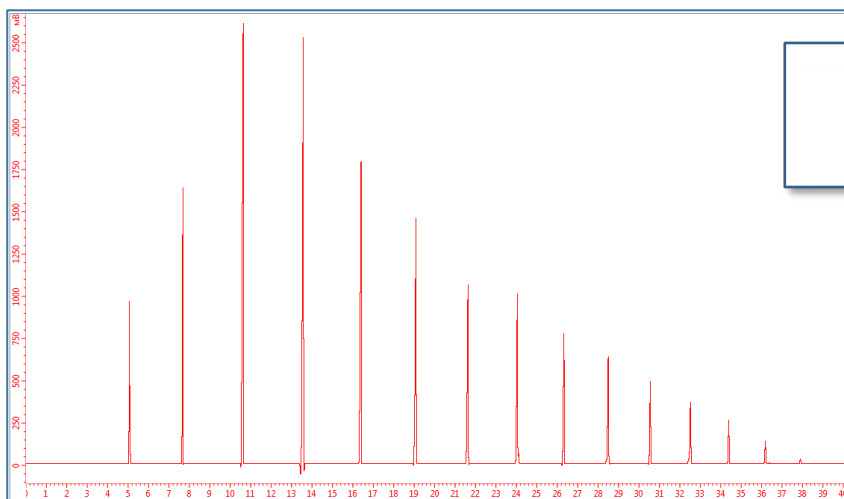
Хроматограммы



Сигнал по каналу с лайнером со стандартной набивкой



Зеленый = лайнер с молекулярными ситами
Красный = лайнер со стандартной набивкой



Вычтенная хроматограмма с индивидуальными парафинами