



Быстрая хроматография. Бензин

Определение индивидуального и группового углеводородного состава по ГОСТ 32507-2013 (52714-2007)

Введение

Оригинальные инструменты и условия проведения анализа по ГОСТ 32507-2013 позволяют получить достоверные данные по индивидуальному и групповому составу бензина и углеводородных смесей. Это важнейшее преимущество методики делает ее очень востребованной в своей области.

Основным минусом методики является длительное время проведения анализа, что при большой загруженности лаборатории является существенным ограничителем.

Методика быстрого бензина позволяет получать аналогичные результаты при сокращении времени анализа в 3 и более раз. Если длительность обычного анализа составляет 150 минут, то быстрый бензин укладывается в 50 минут.

Такое сокращение времени анализа достигается за счет использования более высокоэффективной капиллярной колонки с меньшей длиной и меньшим внутренним диаметром.

Методы анализа

1. ASTM D5134-13. Standard test method for detailed analysis of petroleum naphthas through n-nonane by capillary gas chromatography.
2. ASTM D6729-04. Standard test method for determination of individual components in spark ignition engine fuels by 100 metre capillary high resolution gas chromatography.
3. ASTM D6730-01. Determination of individual components in spark ignition engine fuels as well as fuel blends containing oxygenates such as MTBE, ETBE, t-butanol and ethanol.
4. ASTM D6733-01. Standard test method for determination of individual components in spark ignition engine fuels by 50-metre capillary high resolution gas chromatography, (IDT).
5. ГОСТ 32507-2013. Бензины автомобильные и жидкие углеводородные смеси. Определение индивидуального и группового углеводородного состава методом капиллярной газовой хроматографии.
6. ГОСТ 52714-2007. Бензины автомобильные. Определение индивидуального и группового углеводородного состава методом капиллярной газовой хроматографии.

Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000".
- Хроматографическая колонка DB-1 40×0.1×0.5 μm или другие аналогичные колонки
- Детектор ПИД
- Устройство захлаживания термостата колонок
- Дозатор ДАЖ-2М
- Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик" и "Хроматэк DNA"

Режим анализа

Хроматограф			
Время анализа	60 мин		
Колонка			
Давление газа-носителя	920 кПа		
Деление потока	1:600		
Температура колонки			
Изотерма 1	0 °C	6 мин	2.5 °C/мин
Изотерма 2	50 °C	0 мин	5 °C
Изотерма 3	130 °C	0 мин	10 °C
Изотерма 4	250 °C	20 мин	
Испаритель			
Температура испарителя	250 °C		
Детектор ПИД			
Расход водорода	20 мл/мин		
Расход воздуха	200 мл/мин		
Расход поддувного газа	20 мл/мин		
Температура детектора	275 °C		

Результаты

Режим анализа повторяет режим оригинальной методики, но с сокращением всех этапов термостатирования в соотношении равным соотношению длин колонок. Это позволяет использовать базу индексов, прописанных в методике, без изменений.

За счет маленького внутреннего диаметра эффективность разделения и разрешение по углеводородам остаются хорошими и удовлетворяют требованиям методики.

На рисунке 1 представлены участки хроматограмм разделения критической пары 2-метилгептана и 4-метилгептана на колонках 40 и 100 метров соответственно. Деление углеводородов на 40-метровой колонке не уступает делению на 100-метровой колонке.

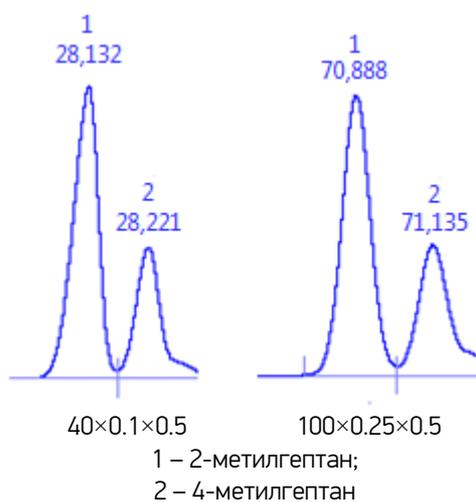


Рисунок 1 – Деление критической пары

Традиционно время выхода н-пентадекана (C15) считается временем конца анализа.

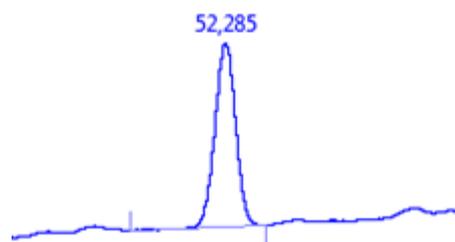


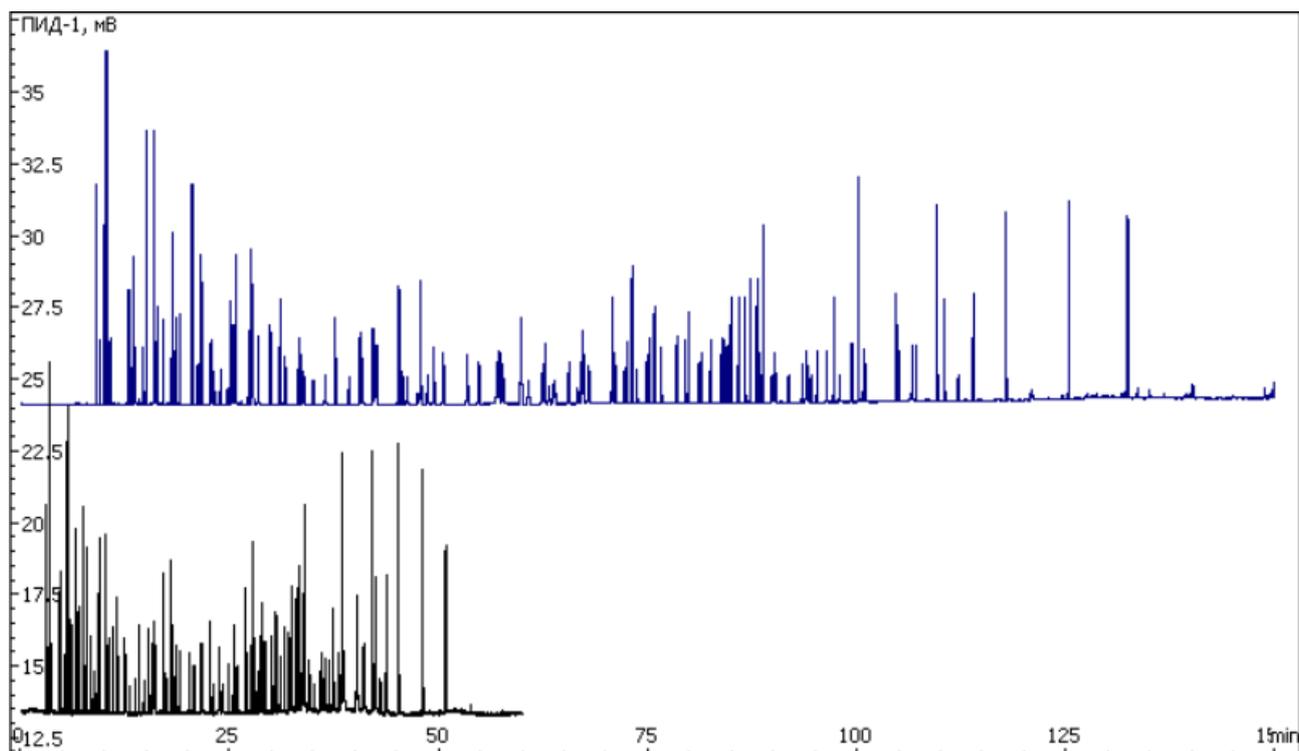
Рисунок 2 – Время выхода н-пентадекана

Варианты быстрой хроматографии

Использование 40-метровой колонки – не единственный возможный вариант сокращения времени анализа. Сокращения времени анализа можно достичь не только уменьшением длины колонки, но и использованием другого газа-носителя. Например, использование в качестве газа-носителя водорода сокращает время анализа на 100-метровой колонке до 90 минут. А при анализе на 40-метровой колонке весь анализ будет составлять не больше 30 минут.

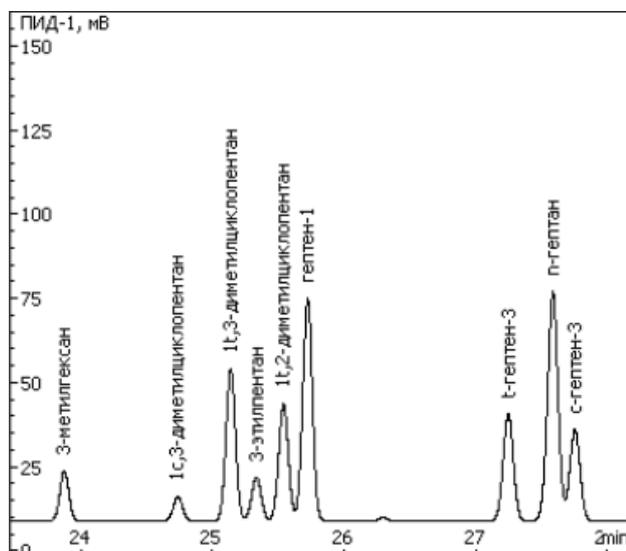
Хроматограммы

Сравнение хроматограмм по длительности анализа. Сверху – обычная хроматография, снизу – быстрая хроматография.

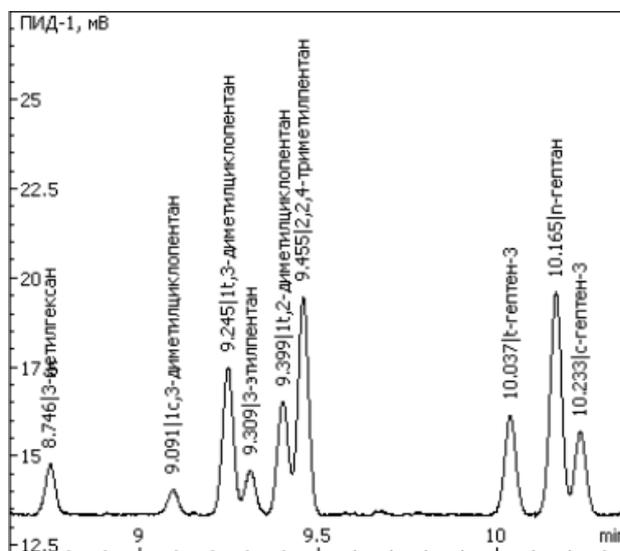


Сравнение эффективности разделения:

Обычная хроматография



Быстрая хроматография



Пример отчета

Пики

№	Время, мин	Компонент	Масса, %	Объем, %	Моли, %
1	2,593	пропан	0,001	0,001	0,001
2	3,394	бутен-1	0,003	0,004	0,006
3	3,542	п-бутан	0,004	0,006	0,008
4	5,436	і-пентан	0,175	0,221	0,261
5	6,619	п-пентан	0,250	0,311	0,375
6	8,575	2,2-диметилбутан	0,038	0,046	0,048
7	10,349	циклопентан	0,074	0,077	0,114
8	10,651	2,3-диметилбутан	0,103	0,122	0,129
9	10,859	МТБЭ	2,030	2,273	2,492
10	11,088	2-метилпентан	0,715	0,862	0,896
11	12,134	3-метилпентан	0,547	0,650	0,686
12	13,653	п-гексан	3,522	4,181	4,414
13	15,532	метилциклопентан	1,633	1,706	2,096

Рисунок 3 – Список индивидуальных компонентов

Масса, %

Группа	Парафины	Изопарафины	Ароматика	Нафтенy	Олефины	Оксигенаты	Неидент.	Итого
3	0,001	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,001
4	0,004	0,000	0,000	0,000	0,003	0,000	0,000	0,008
5	0,250	0,175	0,000	0,074	0,000	2,030	0,000	2,529
6	3,522	1,403	0,721	2,418	0,000	1,045	0,000	9,108
7	3,309	4,588	10,467	4,673	0,056	0,000	0,000	23,092
8	3,622	6,906	17,851	4,276	0,567	0,000	0,013	33,235
9	1,769	4,680	9,991	1,621	0,641	0,000	0,333	19,035
10	0,255	0,975	7,747	0,384	0,058	0,000	0,582	10,002
11	0,095	0,184	1,271	0,007	0,000	0,000	0,163	1,720
12	0,014	0,018	0,282	0,037	0,000	0,000	0,158	0,508
13	0,114	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,132	0,246
14	0,117	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,044	0,161
15	0,246	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,110	0,356
Итого	13,318	18,928	48,329	13,490	1,324	3,075	1,535	100,000

Рисунок 4 – Групповой состав

Заключение

В условиях ограничения времени длительность анализа напрямую сказывается на количестве проведенных испытаний. Использование высокоэффективной капиллярной колонки позволяет существенно сократить время анализа без потери качества определения.