

经验交流

高熔点蜡中正、异构烷烃碳数分布的高温气相色谱法*

周云琪

(抚顺石油一厂研究所 抚顺 113008)

摘要 选用高温气相色谱仪 HP 5890 I 分析高熔点蜡可达 C₅₅左右,将每个碳数中的正、异构烷烃完全分离,数据经 BASIC 程序处理,得到分布直方图。分析速度快并可减少样品组分的歧化作用。

关键词 气相色谱法,正构烷烃,异构烷烃,高熔点蜡,碳数分布

1 前言

在各种专用蜡的研制中,样品组成的正、异构烷烃碳数分布是一个极其重要的控制指标,它会直接影响原材料的选择及最佳方案的确定^[1]。然而,对于高熔点蜡的测定,普通的气相色谱法只能分析到 C₃₈左右,远远不能满足多种专用蜡的要求^[2]。因此,进行高熔点蜡中正、异构烷烃碳数分布测定方法的研究是十分必要的。

本文选用高温气相色谱仪 HP 5890 I,在最佳的色谱条件下可以将高熔点蜡分析到 C₅₅左右,并由 BASIC 程序自动处理数据,报告出每个碳数中正构烷烃与非正构烷烃(主要指异构烷烃)的分布情况,绘出分布直方图。

2 实验部分

2.1 仪器及试剂

HP 5890 I 气相色谱仪及 HP 3396B 积分仪,大口径毛细管柱 HP-1 30m×0.53mm×0.88μm。溶剂为二硫化碳(分析纯)。

2.2 样品分析及数据处理

实验条件:FID 温度为 350℃;柱温为 150℃,以 6℃/min 的速率升至 350℃,保持 10min;汽化温度始终比柱温高 3℃(程序升温);进样量为 0.1μL。

在色谱分析进样之前,首先在上述最佳条件下空柱运行以扣除基线漂移造成的影响,实现单柱补偿。然后再由自动进样器进样分析,色谱图贮存于磁盘中,最后由 BASIC 程序进行运算处理。

本方法的数据处理分两步完成:首先进行水平基线积分,计算出总面积值;然后进行谷点与谷点间

的切线积分,计算出每个碳数正构烷烃的峰面积,并得到其百分含量,其余部分为非正构烷烃组分(主要指异构烷烃)^[3]。色谱图的定性分析可由正构烷烃标样确定,因为正构烷烃色谱峰明显高于其他组分峰,而同碳数的正构烷烃总是在异构烷烃之后出峰。

3 结果与讨论

在上述最佳色谱条件下,对某专用蜡进行色谱分析,得到谱图(图 1)。由谱图定性分析可见,该样品碳数为 C₂₂~C₅₅。

(1)本方法的溶剂为二硫化碳。尽管其溶解度很好,但毒性极大,最好不用,可用正己烷替代。在数据处理中,需要对溶剂峰加以处理。

利用程序自动处理结果,即可得到正、异构烷烃碳数分布直方图(见图 2)。其分布数据也可由程序

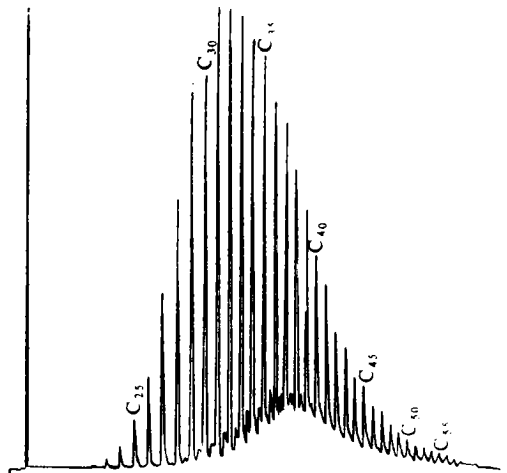


图 1 某专用蜡色谱图

Fig. 1 Gas chromatogram of a special wax

* 本课题获抚顺石油化工公司“重点科技项目攻关奖”
本文收稿日期:1995年5月4日,修回日期:1995年12月5日

报告得出。

(2)本方法采用柱上进样技术,而且进样口温度

随着柱温程序升高,为宽沸程样品提供了一个预分离过程,同时又减少了样品组分的歧化作用。

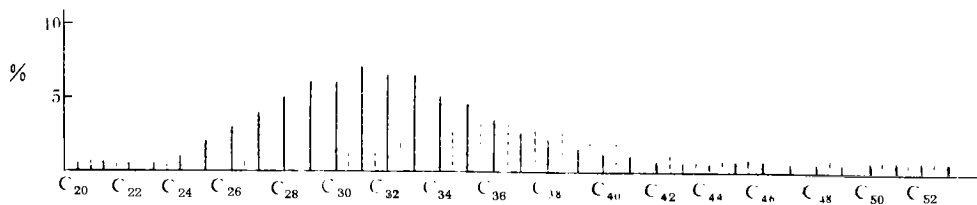


图 2 某专用蜡正、异构烷烃碳数分布直方图

Fig. 2 Histogram of the C-number distribution

——正构烷烃(*n*-alkanes):59.33%, ---异构烷烃(*iso*-alkanes):40.67%。

(3)本方法选用大口径毛细管柱,使宽组分样品在保证正构烷烃与非正构烷烃完全分离的同时,提高了分析速度。

国石油化工出版社,1992:14

2 Levy E J, Doyle R R, Brown R A *et al.* Anal Chem, 1961,33:698

3 中国惠普公司. 气相色谱石化应用文集(续编). 北京, 1992:31

参 考 文 献

1 弗罗因德 M. 石蜡产品的性质、生产及应用. 北京:中

High Temperature Gas Chromatography for the Distribution of Carbon Number of Normal and Isomeric Alkanes in High Melting Waxes

Zhou Yunqi

(Research Institute No. 1 Refinery of Fushun Petrochemical Corporation, Fushun, 113008)

Abstract The method was established to separate the components containing up to C₅₅ in the order of their boiling points by use of HP 5890 II Gas Chromatograph with a non-polar capillary column (30m×0.53mm×0.88μm). The data were processed automatically with the programmable mode. The contents of normal alkanes and others (mainly isomeric alkanes) of each carbon number are reported individually and plotted on a chart.

Key words gas chromatography, normal alkanes, isomeric alkanes, high melting waxes, carbon number distribution

《高效液相色谱法纯化蛋白质理论与技术》征购

由郭立安编著,陕西科学技术出版社出版的新书《高效液相色谱法纯化蛋白质理论与技术》适合于化学、生物化学、免疫学、分子生物学以及从事蛋白质纯化的研究人员使用。定价15.5元,邮费另加2.5元。欲购者请与《色谱》编辑部孙树平联系。