

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  $C_{55}$  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<sup>[1]</sup>。然而, 对于高熔点蜡的测定, 普通的气相色谱法只能分析到  $C_{38}$  左右, 远远不能满足多种专用蜡的要求<sup>[2]</sup>。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  $C_{55}$  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  $30m \times 0.53mm \times 0.88\mu m$ 。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  $350^\circ C$ ; 柱温为  $150^\circ C$ , 以  $6^\circ C/min$  的速率升至  $350^\circ C$ , 保持 10min; 汽化温度始终比柱温高  $3^\circ C$ (程序升温); 进样量为  $0.1\mu L$ 。

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)<sup>[3]</sup>。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  $C_{22} \sim C_{55}$ 。

(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

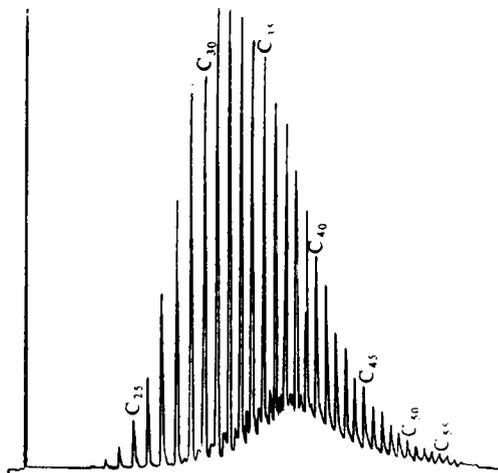


图 1 某专用蜡色谱图

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。

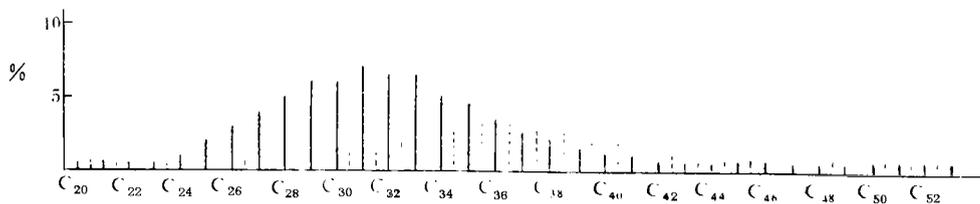


图 2 某专用蜡正、异构烷烃碳数分布直方图

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 C<sub>55</sub> 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。