

ОБЛАДНАННЯ

КАЛІ ТУДЕЛА, КОРІ КЕЛЛІ

ПОКРАЩЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНОГО АНАЛІЗУ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК ДИЗЕЛЬНОЇ ФРАКЦІЇ З ВИКОРИСТАННЯМ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНИХ КАПІЛЯРНИХ КОЛОНОК СЕРІЇ ZEBRON™ INFERNO™

Аналіз нафтових вуглеводнів в пробах ґрунту і води набуває все більшої актуальності. Це пов'язано з необхідністю визначення кількісного рівня забруднення навколишнього середовища нафтопродуктами. Паливні вуглеводні поділяються на органічні сполуки бензинової і дизельної фракцій. Температури кипіння сполук дизельної фракції аналогічні до температур кипіння вуглеводнів дизельного палива (C10-C28) і варіюються в діапазоні від 170 °С до 430 °С. Ці важкі сполуки можна аналізувати методом газової хроматографії з використанням полум'яно-іонізаційного детектора, однак при цьому слід враховувати деякі істотні фактори, щоб забезпечити відтворюваність результатів аналізу при повторному введенні проб.

Ключові слова: газова хроматографія, нафтові вуглеводні, дизельна фракція.

Анализ нефтяных углеводородов в пробах почвы и воды широко применяется, чтобы выявить наличие топливных нефтепродуктов и сырой нефти и определить количественный уровень загрязнения ими окружающей среды. Топливные углеводороды подразделяются на органические соединения бензиновой и дизельной фракций. Температуры кипения соединений дизельной фракции аналогичны температурам кипения углеводородов дизельного топлива (C10–C28) и варьируются в диапазоне от 170 °С до 430 °С. Данные тяжелые соединения можно анализировать на газовом хроматографе с использованием пламенно-ионизационного детектора, однако при этом следует учитывать некоторые существенные факторы, чтобы обеспечить воспроизводимость результатов анализа при повторном вводе проб.

Ключевые слова: газовая хроматография, нефтяные углеводороды, дизельная фракция.

Petroleum hydrocarbon analysis is widely performed on soil and water samples to determine the presence and quantified levels of contamination from petroleum fuel products and crude oils. Fuel hydrocarbons are segmented into gasoline and diesel range organic groups (GRO and DRO). DRO compounds have boiling points similar to diesel fuel (C10-C28), ranging from 170-430 °C. These heavy compounds are amenable to GC/FID analysis; however, important considerations should be taken to ensure reproducible results over repeated injections.

Key words: gas chromatography, petroleum hydrocarbons, diesel range organic.

Вступ

Хоча методи аналізу дизельних фракцій палива не передбачають застосування надмірно високих температур, проте для повного виведення важких домішок проби з колонки потрібно періодично підвищувати температуру термостата колонок газового хроматографа до досить високого рівня, адже наявність важких домішок, що залишаються в колонці, призводить до зниження рівня відтворюваності результатів аналізу при повторному введенні проби. Крім цього, підвищення температури термостата колонок хроматографа дозволяє скоротити час аналізу. Однак, такі температурні режими є граничними для звичайних капілярних колонок, а

багаторазове використання колонки при температурах, близьких до граничних, може призводити до підвищеного рівня виносу фази і втрати механічної міцності колонки. У зв'язку з цим для аналізу дизельних фракцій переважно використовують колонки, які призначені для високотемпературної газової хроматографії. Колонки серії Zebtron™ Inferno™ мають найвищу граничну робочу температуру (до 430 °С) у порівнянні зі всіма іншими кварцевими капілярними колонками. Такий широкий діапазон робочих температур дозволяє підвищити продуктивність за рахунок різкого підвищення температури термостата колонок, подовжити термін служби колонки завдяки високій температурній стабільності і забезпечити високу відтворюваність результатів аналізу за рахунок термічного виведення домішок з колонки. У даній публікації представлено два методи аналізу компонентів дизельної фракції з використанням капілярних колонок Zebtron™ Inferno™.

Матеріали та методи

Для виконання аналізу застосовано газовий хроматограф з полум'яно-іонізаційним детектором Agilent® 6890. Порівняльну характеристику умов методів аналізу наведено у табл. 1.

Таблиця 1

Умови методів аналізу дизельних фракцій

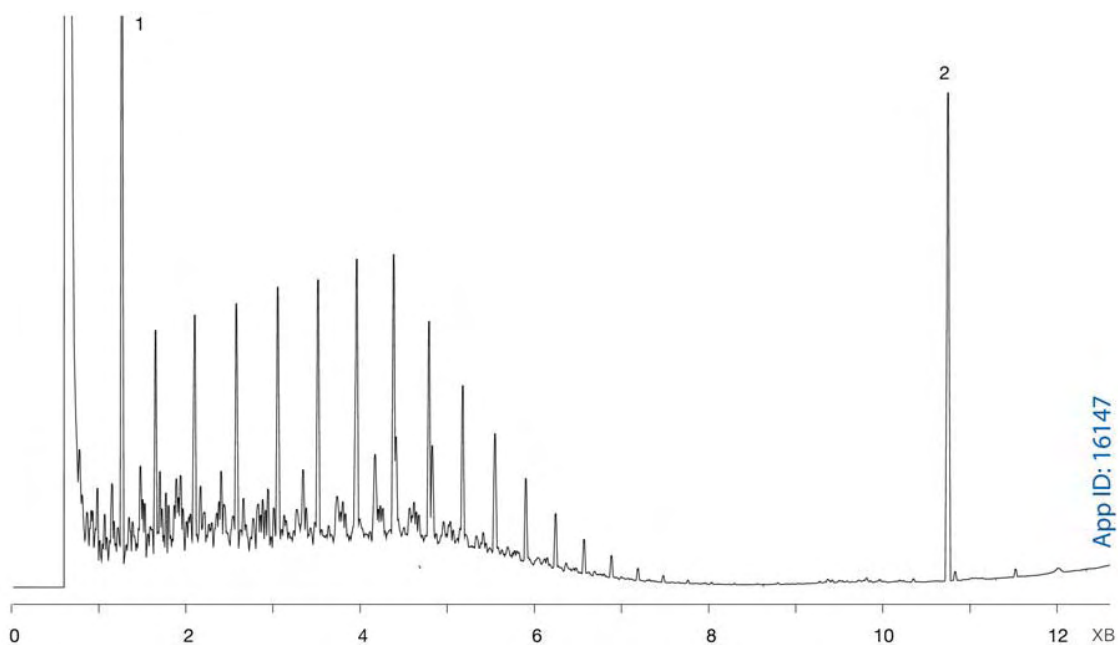
| Параметр | ZB-5HT Inferno (мал. 1) | ZB-1HT Inferno (мал. 2) |
|--|--|---|
| Розміри колонки | 15 м x 0,32 мм x 0,10 мкм | 15 м x 0,32 мм x 0,25 мкм |
| Спосіб введення проби | безпосередньо в колонку при температурі 63 °С | без поділу потоку при температурі 300 °С |
| Об'єм інжекції | 0,1 мкл | 20 мкл |
| Режим програмування температури термостата колонок | від 60 °С до 375 °С (5 хв) із швидкістю 25 °С/хв | від 50 °С (2 хв) до 320 °С (5 хв) із швидкістю 30 °С/хв |
| Газ-носій | гелій | гелій |
| Швидкість потоку газу-носія | 2,7 мл/хв (постійна швидкість потоку) | 2,0 мл/хв (постійна швидкість потоку) |
| Детектор | ПІД при 400 °С | ПІД при 330 °С |

Рекомендовані витратні матеріали для ГХ:

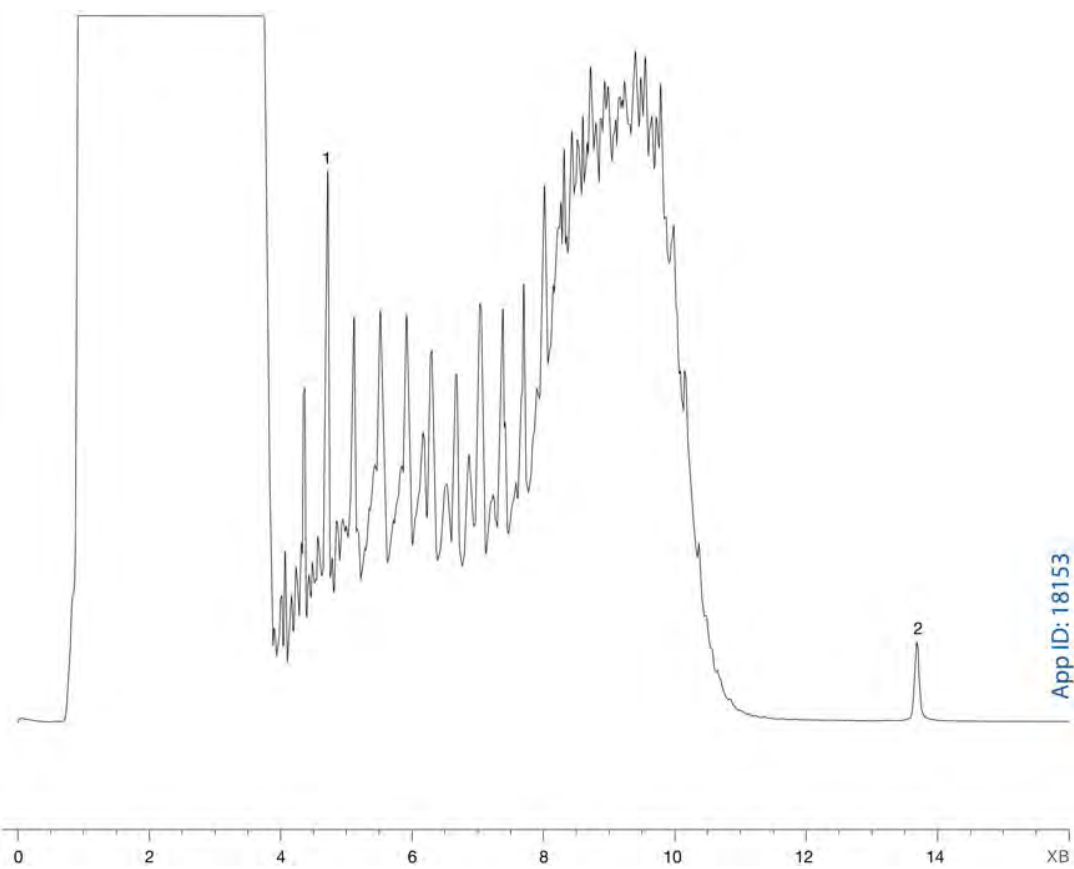
- ущільнення Easy Seals™ для основних впускних отворів;
- септи PhenoRed™-400 для інжектора;
- вставка в інжектор 4 мм x 78,5 мм x 6,45 мм з поділом/без поділу потоку з конічним звуженням з одного боку для введення проби (каталожний №: AG0-7516).

Результати та обговорення

На мал. 1 представлено 10-хвилинний аналіз дизельного палива з введенням проби безпосередньо в колонку. Такий спосіб введення проби дозволяє підвищити чутливість до сполук, які виходять з колонки останніми, за рахунок зниження дискримінації компонентів проби у впускному каналі. Можливим обмеженням даного методу є об'єм проби, що вводиться в колонку. На мал. 2 показано результат аналізу з введенням проби великого об'єму (20 мкл) з метою підвищення чутливості.



Мал. 1. Аналіз дизельного палива на колонці ZB-5HT.
 Проба: 0,1 мг/м в дихлорметані.
 Аналіти: 1 – декан, 2 – тетраконтан.



Мал. 2. Аналіз вуглеводнів в пробі води згідно з DIN EN ISO 9377-2 (DEV H53) з використанням колонки ZB-1HT.
 Аналіти: 1 – декан, 2 – тетраконтан.

Висновки

Наведено два надійних методи аналізу дизельних фракцій: з введенням проби безпосередньо в колонку і з введенням проби великого об'єму. Хоча в обох випадках використовують високотемпературні колонки з можливістю безпечного кондиціонування при гранично високих температурах, введення проби великого об'єму дозволяє підвищити чутливість методу. При цьому вдається також полегшити процес підготовки проб і скоротити витрати лабораторії на відбір та транспортування проб, а також на розчинники для екстракції.

Примітки:

- Методику з введенням проб великого об'єму (мал. 2) надав д-р Александер Рудеріш з компанії AGROLAB Labor GmbH, м. Брукберг (Німеччина).
- Умови та положення відповідають типовим умовам компанії Phenomenex, з якими можна ознайомитися на веб-сайті: www.phenomenex.com/TermsAndConditions.
- Товарні знаки: Easy Seals, PhenoRed, Zebron і Inferno - товарні знаки компанії Phenomenex. Agilent - зареєстрований товарний знак компанії Agilent Technologies, Inc.

Правове застереження:

Phenomenex не є афілійованою особою компанії Agilent Technologies.

© 2016 Phenomenex, Inc. Всі права захищені.

ТОВ «Реалаб» - ексклюзивний дистриб'ютор компанії Феноменекс в Україні, м. Київ

*Надійшло до редакції
25.11.2015*