UKD 668 736 32 547 562 543 544 25

PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	NORMA BRANŻOWA Produkty węglopochodne **Oznaczanie składu surowego kwasu karbolowego metodą chromatografii gazowej**	BN-66 0511-07 Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie metodą chromatografii gazowej zawartosci fenolu, metylofenoli i dwumetylofenoli w mieszaninie fenoli jednowodorotlenowych wrzącej w granicach 180 - 225°C.

1.2. Określenia

1.2.1. Czas retencji danego składnika - okres czasu wyrażony w minutach, mierzony od chwili wprowadzenia próbki do chromatografu do chwili pojawienia się maksimum piku na chromatogramie.

1.2.2. Względny czas retencji danego składnika - stosunek czasu retencji tego składnika do czasu retencji substancji wzorcowej.

1.3. Normy związane

PN/C-04333 Produkty węglopochodne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-55/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-64/C-97054 Produkty węglopochodne. Destylacja normalna metodą Kramera-Spilkera

PN-67/C-97080 Produkty węglopochodne. Oznaczanie olejów obojętnych i zasad pirydynowych

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Metoda ta polega na chromatograficznym rozdzieleniu poszczególnych składników surowego kwasu karbolowego w układzie gaz-ciecz i obliczeniu zawartości poszczególnych składników w oparciu o uzyskany chromatogram.

2.2. Aparaty i przyrządy

a) Chromatograf gazowy z detektorem przewodnościowym lub płomieniowo-jonizacyjnym.

b) Rejestrator typu kompensacyjnego o szerokości skali min. 10 cm.

c) Planimetr biegunowy.

d) Rurka miedziana, szklana lub ze stali nierdzewnej o średnicy wewnętrznej 4 - 6 mm, grubości ścianki 1 - 2 mm i długości 3 m do sporządzenia kolumn chromatograficznych.

e) Mikrostrzykawka pojemności maksymalnej 50 μl.

f) Wibrator elektryczny.

g) Łaźnia wodna.

2.3. Odczynniki i materiały

a) Apiezon L do chromatografii.

b) Chromosorb P o ziarnie 0,18 ÷ 0,25 mm.

c) Benzen cz.d.a.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki"
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 2 listopada 1966 r
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1967 r
(Mon Pol nr 6/1967 poz 31)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 040 Nakł 2000 + 133 Zam 271/66 Cena zł 2 40

d) Kwas solny stężony cz.

e) Wodór elektrolityczny sprężony.

f) Azot sprężony.

g) Powietrze sprężone.

2.4. Przygotowanie do oznaczania

2.4.1. Aktywacja nośnika. Około 90 g chromosorbu P o ziarnie 0,18 ÷ 0,25 mm zalac w zlewce stężonym kwasem solnym i odstawić na 24 godz. Po upływie tego czasu kwas zlać i nosnik przemywać wodą destylowana do odczynu obojętnego. Przemyty nośnik suszyć w suszarce elektrycznej w temperaturze 120°C przez 3 godz i ochłodzić.

2.4.2. Przygotowanie wypełnienia do kolumny chromatograficznej. Do zlewki pojemności 500 ml odważyć 20 ±0,1 g apiezonu L, dodać 200 ml benzenu i wymieszać do uzyskania jednolitego roztworu, po czym dodać 80 ±0,5 g wysuszonego wg 2.4.1 chromosorbu i całosc dokładnie wymieszać Benzen odparować na łazni wodnej, mieszając zawartość zlewki. Po odparowaniu benzenu wypełnienie należy suszyć przez 3 godz w suszarce elektrycznej w temperaturze 120°C, po czym przenieść do słoika z doszlifowanym korkiem.

2.4.3. Napełnienie kolumny chromatograficznej. Odcinek rurki miedzianej, szklanej lub ze stali nierdzewnej wg 2.2 d) zgiąć w połowie długości w kształt litery U i napełnić kolejno obydwa końce rurki wypełnieniem otrzymanym wg 2.4.2, wsypywanym przez mały lejek. Następnie ubijać wypełnienie kolumny wibratorem elektrycznym, który należy przesuwać wzdłuż kolumny w górę i w dół, dosypując równocześnie do kolumny wypełnienie. Kolumnę uważa się za napełnioną, jeżeli poziom wypełnienia nie obniży się więcej niż o 1 ÷ 2 mm w czasie 30 sek wstrząsania za pomocą wibratora. Ubijanie wypełnienia może być również wykonywane ręcznie.

Obydwa końce wypełnionej kolumny zamknąć korkami z waty szklanej. Przed założeniem kolumny do chromatografu należy ją odpowiednio wygiąć, aby zmieściła się w termostacie chromatografu. Jeżeli chromatograf ma oryginalną kolumnę, należy napełnić tyle odcinków, aby całkowita długość kolumny wynosiła 2,5 ÷ 3,2 mm.

Świeżo napełnioną kolumnę należy przed użyciem wygrzać w termostacie chromatografu w temperaturze 150°C w ciągu co najmniej 6 godz, przepuszczając gaz nośny z szybkością około 50 ml/min.

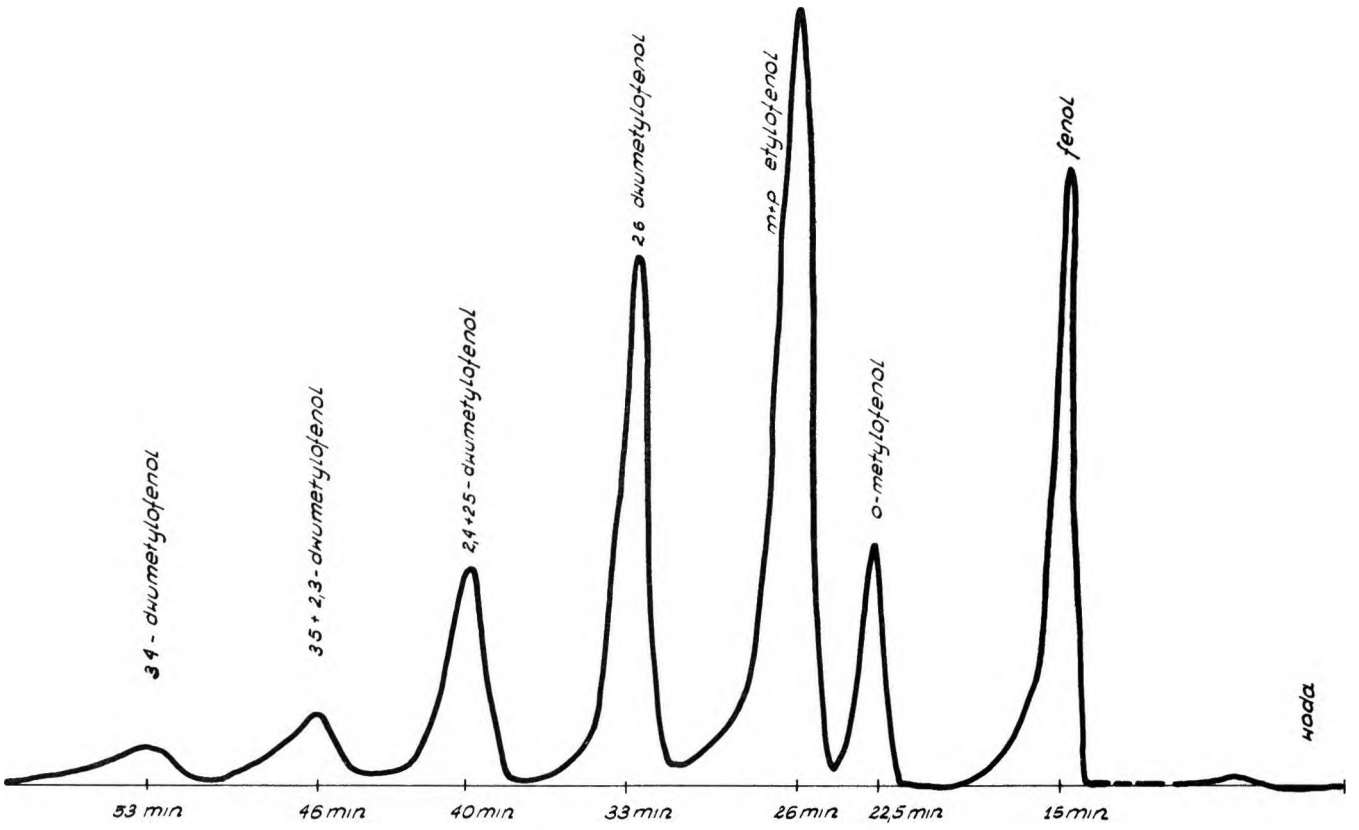
2.4.4. Przygotowanie próbki. Z próbki pobranej wg PN/C-04333 należy pobrać 100 g i przeprowadzić destylację wg PN-64/C-97054, dla oddzielenia składników fenolowych od smoły i składników wyżej wrzących, zbierając destylat do temperatury 225°C. Otrzymany destylat należy użyć do wykonania oznaczania wg 2.5.

W pierwotnie pobranej próbce należy oznaczyć zawartość wody wg PN-55/C-04523 oraz zawartość olejów obojętnych i zasad pirydynowych wg PN-67/C-97080.

2.5. Wykonanie oznaczania. Kolumnę chromatograficzną przygotowaną wg 2.4 umiescić w termostacie chromatografu i przygotować do pracy przyrząd wg właściwej instrukcji obsługi. Temperaturę termostatu nastawić na 140 ±1°C, ustalić przepływ gazu nośnego (wodoru lub azotu - w zależności od stosowanego detektora) na 60 - 80 ml/min, włączyć kompensograf i odczekać do ustalenia się linii podstawowej. Przesuw taśmy rejestrującej powinien wynosić 240 ÷ 300 mm/godz.

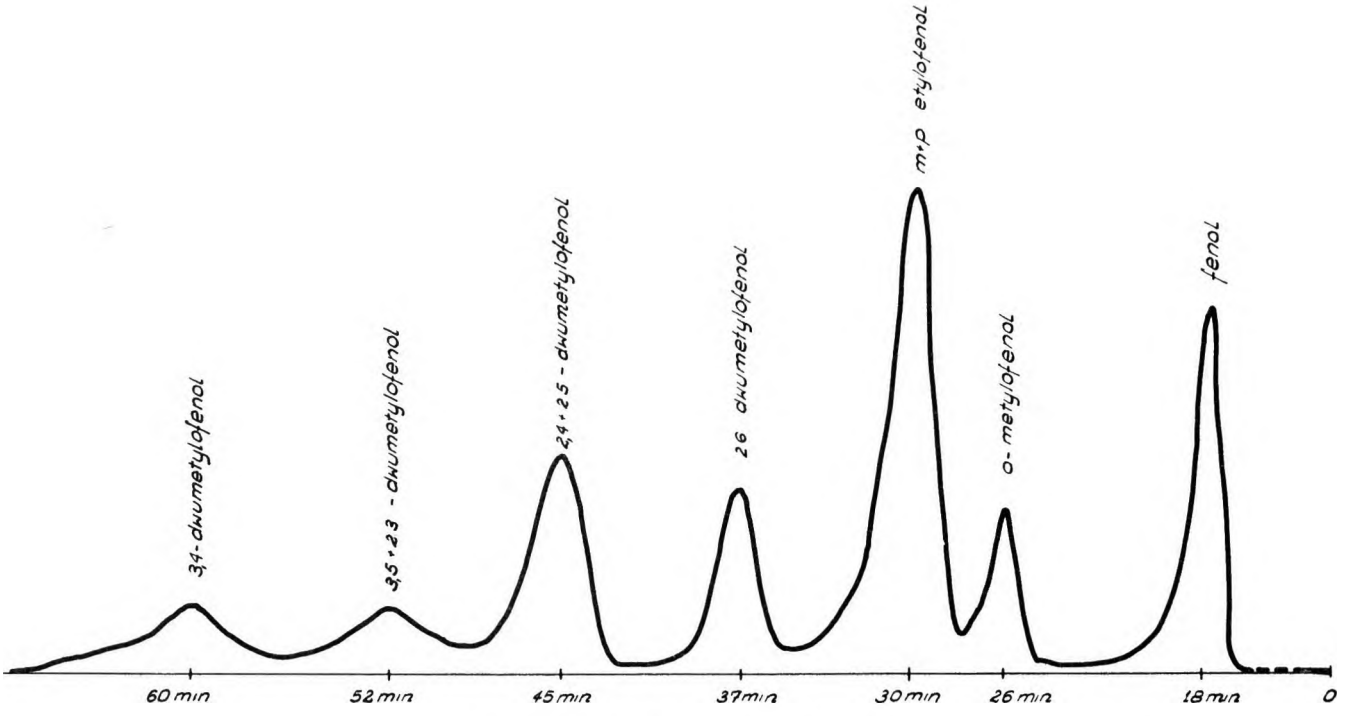
Próbkę przygotowaną wg 2.4.4 wprowadzić przy pomocy mikrostrzykawki do obiegu gazu nośnego. Ilość próbki i czułość przyrządu dobrać tak, aby wysokosc piku głównego składnika wynosiła co najmniej 90% szerokości taśmy rejestrującej. Ilość próbki nie może przekraczać 20 μl.

Kolejność pojawienia się pików składników surowego kwasu karbolowego przedstawiono na chromatogramach wzorcowych 1 i 2.



Rys. 1. Chromatogram wzorcowy 1

Chromatogram wzorcowy 1 wykonano przy użyciu detektora przewodnościowego z kolumną (długość 3,2 m, średnica wewnętrzna 4 mm) napełnioną 20-procentowym apiezonem L na chromosorbie P, w temperaturze termostatu 140°C, z zastosowaniem wodoru jako gazu nośnego o przepływie 75 ml/min.



Rys. 2. Chromatogram wzorcowy 2

Chromatogram wzorcowy 2 wykonano przy uzyciu detektora płomieniowo-jonizacyjnym z kolumną (długośc 2,5 m, średnica wewnętrzna 6 mm) napełnioną 20-procentowym apiezonem L na chromosorbie P, w temperaturze termostatu 140°C, z zastosowaniem azotu jako gazu nosnego o przepływie 60 ml/min.

Oznaczanie należy uważać za zakończone, jeżeli po 10 min, licząc od chwili pojawienia się ostatniego piku, linia podstawowa nie zmieni swego położenia. Dopuszcza się dryf linii podstawowej w granicach ±2% całkowitego wychylenia wskazówki kompensografu.

Po ukończeniu oznaczania należy wyłączyć przesuw taśmy rejestrującej i odciąć wykreślony chromatogram. Na otrzymanym chromatogramie należy wykreślić linię podstawową przez połączenie linii przed pojawieniem się pierwszego piku z linią po wykreśleniu ostatniego piku. Jeżeli linie tworzące poszczególne piki nie wracają dokładnie do linii podstawowej, należy je łączyć odręcznie z linią podstawową przedłużając boki pików.

Następnie należy zmierzyć za pomocą planimetru powierzchnie poszczególnych pików z dokładnością do 0,1 cm^2.

Pomiary powierzchni przeprowadzić dwukrotnie i jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną pomiarów nie różniących się więcej niż o 0,1 cm^2.

2.6. Obliczanie wyniku. Zawartość poszczególnych składników X obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X = \frac{P_x \; 100}{P_c} \qquad \frac{m-(a+b+c)}{100}$$

w którym:

P_x - powierzchnia piku danego składnika, cm^2,

P_c - suma powierzchni pików wszystkich składników z wyjątkiem piku wody ukazującego się natychmiast po wstrzyknięciu próbki, cm^2,

m - ilość destylatu otrzymanego wg 2.4.4, g,

a - zawartość wody, %,

b - zawartość olejów obojętnych, %,

c - zawartość zasad pirydynowych, %.

2.7. Liczba oznaczań. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczania. W analizach ruchowych dopuszcza się wykonanie tylko jednego oznaczania.

2.8. Różnice względne między wynikami oznaczań nie powinny przekraczać dla zawartości składnika

do 10% - 2% wyniku wyższego,

powyżej 10% - 1% wyniku wyższego.

2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczań wg 2.8.

K O N I E C