UKD 662 749 351 543 84 543 544

PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	NORMA BRANZOWA **Produkty węglopochodne** # Oznaczanie głównych składników benzolu surowego metodą chromatografii gazowej	**BN-70** **0511-17** Grupa katalogowa X 39

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest chromatograficzna metoda oznaczania głownych składnikow benzolu surowego

1 2 Zakres stosowania normy Niniejszą normę należy stosowac do analiz bilansowych benzolu surowego

1 3 Normy związane

PN/C-04333 Produkty węglopochodne Pobieranie probek i przygotowanie sredniej probki laboratoryjnej

2 METODA OZNACZANIA

2 1 Zasada oznaczania Metoda polega na chromatograficznym rozdzieleniu poszczegolnych składnikow benzolu surowego w układzie gaz-ciecz i obliczeniu ich zawartosci w oparciu o uzyskany chromatogram

2 2 Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy z detektorem cieplno-przewodnosciowym

b) Kolumna ze stali nierdzewnej, miedziana lub szklana, o srednicy wewnętrznej 4—6 mm i długosci 2—2,5 m

c) Mikrostrzykawka pojemnosci 10 µl

d) Zestaw do przygotowania wypełnienia kolumny (rys 1) składający się z kolby kulistej *A* pojemnosci 500 ml umieszczonej w łazni wodnej *C*, nasadki *B* zabezpieczonej rurką z bezwodnym chlorkiem wapniowym *D* i połączonej z chłodnicą kulkową *E* umieszczoną w kolbie ssawkowej *F*

e) Planimetr biegunowy

f) Piec elektryczny muflowy

2 3 Odczynniki i roztwory

a) Fosforan trojkrezylu do chromatografii gazowej

b) Celit o wielkosci ziarna 0,18—0,25 mm Dopuszcza się stosowanie innych nosnikow o podobnych własnosciach

c) Aceton cz d a

d) Wodor elektrolityczny

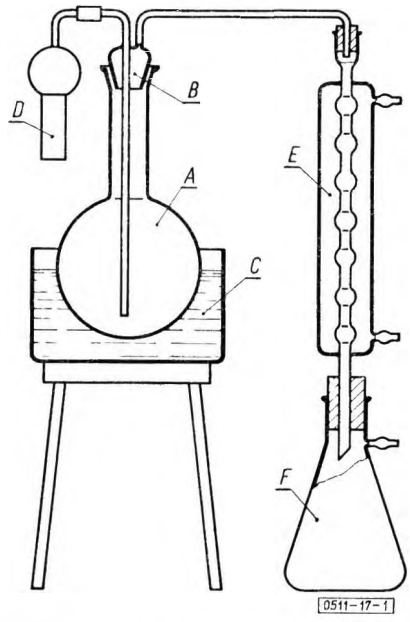
e) Chlorek wapniowy bezwodny

f) Mieszanka wzorcowa o składzie 73% benzenu, 16% toluenu, 2% *m*-ksylenu, 1% *p*-ksylenu, 1% *o*-ksylenu, 2% styrenu, 2% indenu i 3% naftalenu

Benzen i toluen uzyty do sporządzenia mieszanki powinien miec stopien czystosci „do chromatografii gazowej", pozostałe składniki cz d a

2 4 Przygotowanie do oznaczania

2 4 1 Przygotowanie wypełnienia kolumny Do kolby kulistej *A* (rys 1) odważyć 11,5 ± 0,1 g fosforanu trojkrezylu, dodac 150 cm³ acetonu i wymieszac do uzyskania jednolitego roztworu Następnie dodac 39,5 ± 0,1 g prazonego przez 2 godz w temperaturze 300—350°C i ochłodzonego celitu lub innego nosnika o podobnych własnosciach wg 2 3 b) i całosc dokładnie wymieszac Kolbę wstawic pod wyciąg na 30 min i wstrząsac nią energicznie co kilka minut Następnie zestawic aparat wg rys 1



Rys 1 Zestaw do przygotowania wypełnienia kolumny

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki"
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 24 kwietnia 1970 r jako norma obowiązująca w zakresie metod badan od dnia 1 stycznia 1971 r (Mon Pol nr 22/1970 poz 181)

WYDAWNICTWO NORMALIZACYJNE Obj 0 40 a w Nakł 2100+62 PZG w Pab zam 943-70 Cena zł 2 40

Kolbę *A* zamknąc nasadką *B* i wstawic do zimnej łazni wodnej *C* Na rurkę wlotową nasadki nałozyc za pomocą węza gumowego rurkę z chlorkiem wapniowym *D*, rurkę wylotową zas połączyc z chłodnicą kulkową *E*, ktorej wylot umiescic w szczelnym korku w kolbie ssawkowej *F* Wylot kolby ssawkowej *F* połączyc z pompką wodną umieszczoną pod wyciągiem i włączyc ogrzewanie łazni wodnej *C*

Ogrzewac zawartosc kolby *A* z rownoczesnym odciąganiem par acetonu tak długo, az z chłodnicy *E* przestanie wyciekac aceton, a zawartosc kolby nie wykaze zapachu acetonu

Otrzymane wypełnienie suszyc przez 3 godz w suszarce w temperaturze 100°C, po czym ochłodzic w eksykatorze

2 4 2 Napełnianie kolumny chromatograficznej Kolumnę wg 2 2 b) zgiąc w połowie długosci w kształt litery U lub inny, jezeli tego wymaga konstrukcja termostatu, i napełnic kolejno obydwa konce otrzymanym wg 2 4 1 wypełnieniem Następnie ubijac wypełnienie dosypując rownoczesnie dalsze jego porcje w miarę obnizania się jego poziomu Konce rurki zamknąc korkami z waty szklanej lub azbestu do tygli Goocha lub za pomocą krązkow z gęstej siatki miedzianej lub stalowej

Przed uzyciem swiezo wypełnioną kolumnę nalezy ogrzewac w termostacie chromatografu w temperaturze 130°C przez 8 godz, przepuszczając gaz nosny (wodor)

2 5 Wykonanie oznaczania

2 5 1 Wyznaczanie współczynników korekcyjnych Kolumnę chromatograficzną przygotowaną wg 2 4 2 umiescic w termostacie chromatografu i przygotowac chromatograf do pracy wg własciwej instrukcji obsługi Temperaturę termostatu nastawic na 125 ± 1°C, ustalic przepływ gazu nosnego (wodoru) na 100—120 cm³/min, włączyc kompensograf i odczekac do ustalenia się linii podstawowej Włączyc przesuw tasmy rejestrującej z prędkoscią około 600 mm/godz

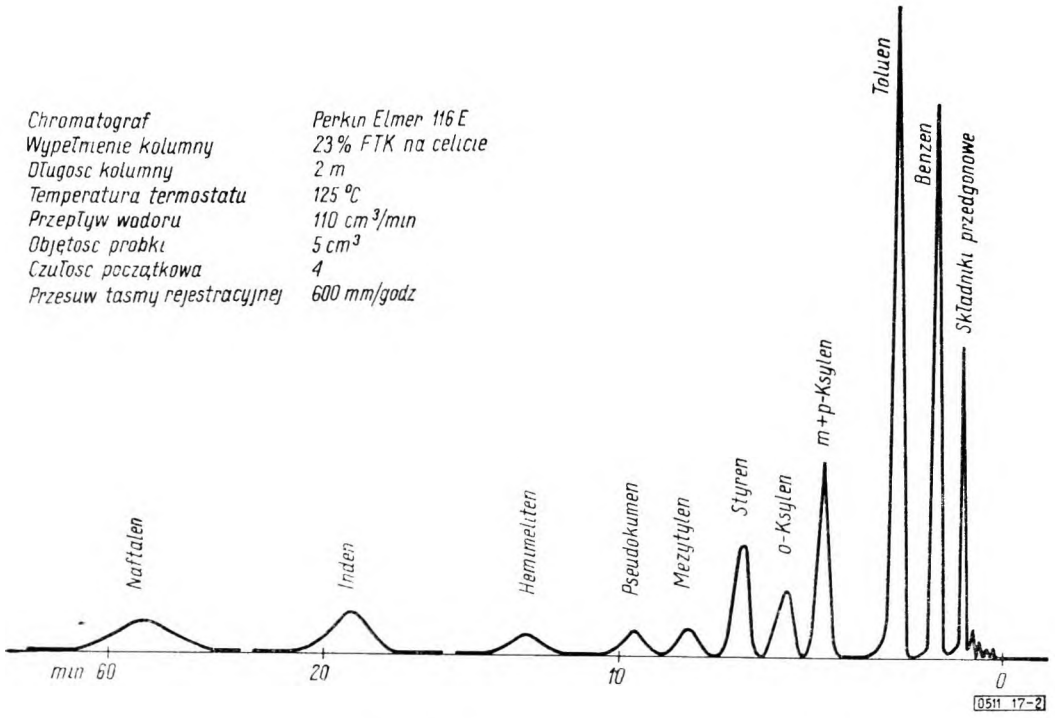
Mieszaninę wzorcową wg 2 3 f) wprowadzic za pomocą mikrostrzykawki do obiegu gazu nosnego

Ilosc probki i czułosc przyrządu nalezy dobrac tak, by wysokosc piku toluenu przy czterokrotnie zmniejszonej czułosci wynosiła co najmniej 70% szerokosci tasmy rejestrującej

Po wykresleniu pikow składnikow przedgonu benzolowego zmniejszyc czułosc około 50-krotnie w celu uchwycenia piku benzenu, po czym zwiększyc czułosc w czasie wykreslania piku toluenu Piki pozostałych składnikow rejestrowac z czułoscią początkową

Oznaczanie mieszanki wzorcowej przeprowadzic trzykrotnie

Kolejnosc pojawiających się pikow przedstawia chromatogram wzorcowy oraz tablica, w ktorej podano względne czasy retencji wazniejszych składnikow benzolu surowego



Rys 2 Chromatogram wzorcowy benzolu surowego

Względne czasy retencji ważniejszych składników benzolu surowego w odniesieniu do benzenu

Lp	Składnik	Względny czas retencji
1	Benzen	1,00
2	Toluen	1,88
3	*m*-Ksylen	3 43
4	*p*-Ksylen	3,43
5	*o*-Ksylen	4,33
6	Styren	5 27
7	Mezytylen	6,43
8	Pseudokumen	7,27
9	Hemimeliten	10 05
10	Hydrinden	11 25
11	Kumaron	13,75
12	Inden	15,93
13	Naftalen	50 27

Na otrzymanych chromatogramach 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 wykreślić prostopadłe do linii podstawowej w miejscach największego zbliżenia linii wykresu do linii podstawowej

Następnie należy zmierzyć za pomocą planimetru powierzchnie poszczególnych pików Pomiary powierzchni należy przeprowadzić trzykrotnie na każdym chromatogramie i jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną

Powierzchnie pików wykreślonych przy zmniejszonej czułości detektora należy pomnożyć przez wielokrotność zmniejszenia czułości

Współczynniki korekcyjne (K) dla poszczególnych składników w odniesieniu do benzenu obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{a \quad P_B}{b \quad P_X}$$

w którym

a — zawartość danego składnika w mieszance wzorcowej, % wag,

b — zawartość benzenu w mieszance wzorcowej, % wag,

P_B — pole piku benzenu, cm²,

P_X — pole piku danego składnika, cm²

Współczynniki korekcyjne należy wyznaczać co pół roku przy stosowaniu tego samego wypełnienia kolumny

2 5 2 Oznaczanie składu badanego benzolu surowego Próbkę badanego benzolu surowego, pobraną zgodnie z PN/C-04333, wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki do obiegu gazu nośnego i prowadzić oznaczanie analogicznie jak w przypadku mieszanki wzorcowej wg 2 5 1 z tym, że należy je przeprowadzić dwukrotnie

2 6 Obliczanie wyników Zawartość poszczególnych składników (X) benzolu surowego obliczyć wagowo w procentach wg wzoru

$$X = \frac{P_1 \quad K_1 \quad 100}{\sum P \quad K}$$

w którym

P_1 — powierzchnia piku danego składnika cm²,

K_1 — współczynnik korekcyjny dla danego składnika,

$$\sum P \quad K = P_1 \quad K_1 + P_2 \quad K_2 + P_3 \quad K_3 + \qquad + P_n \quad K_n$$

Dla składników, dla których nie wyznaczono współczynnika korekcyjnego, przyjąć współczynnik równy 1,00

2 7 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się między sobą o wartości nie większe niż

10% wyniku wyższego przy zawartości składnika poniżej 3%,

5% wyniku wyższego przy zawartości składnika 3—10%,

3% wyniku wyższego przy zawartości składnika powyżej 10%

3 POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do czasu ustanowienia normy na oznaczanie szczegółowego składu benzolu surowego należy oznaczać składniki stanowiące przedgon stosując programowanie temperatury

KONIEC