

ROPA NAFTOWA I PRZETWORY NAFTOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Oznaczanie zawartości izopentanu i <i>n</i> -pentanu we frakcjach pentanowych pochodzenia naftowego metodą chromatografii gazowej	0532-05
		Zamiast BN-69/0532-05
		Grupa katalogowa 0209

1. WSTĘP

1.1. **Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie izopentanu i *n*-pentanu oraz węglowodorów towarzyszących zawartych w naftowych frakcjach pentanowych metodą chromatografii gazowej.

1.2. **Określenia** — chromatogram, pik, czas retencji, nośnik i pozostałe określenia wg PN-74/T-06507/00.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. **Zasada oznaczania** polega na rozdzieleniu poszczególnych składników badanej frakcji pentanowej metodą chromatografii gazowej, wykonaniu chromatogramu, identyfikacji składników na podstawie wyznaczonych względnych czasów retencji oraz obliczeniu zawartości poszczególnych składników w $\%(m/m)$ na podstawie zmierzonej powierzchni piku danego składnika.

W niniejszej normie przewidziano stosowanie 2 typów kolumn A i B, przy czym zastosowanie kolumny B pozwala na identyfikację odrębnie propanu i lżejszych węglowodorów, które przy zastosowaniu kolumny A uzyskuje się łącznie w jednym pikie.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf z detektorem cieplno-przewodnościowym (katarometrem) lub z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym.

b) Strzykawki pojemności 1 i 10 μ l.

c) Intergrator dowolnego typu lub lupa z podziałką.

d) Kolumny chromatograficzne ze stali nierdzewnej lub innego materiału niekorodującego.

e) Termostat elektryczny.

2.3. Odczynniki i materiały

a) Argon wg BN-69/6017-09 lub azot techniczny sprężony gatunek I wg PN-71/C-84912.

b) Wodór techniczny sprężony wg PN-61/C-84908 gatunek I.

c) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.

d) Chloroform cz.d.a.

e) Nośnik

— dla kolumny A — chromosorb P o granulacji $0,175 \div 0,246$ mm ($80 \div 60$ mesh),

— dla kolumny B — chromosorb W AWD MCS o granulacji $0,147 \div 0,175$ mm ($100 \div 80$ mesh).

Dopuszcza się stosowanie innych nośników o analogicznej charakterystyce i granulacji.

f) Faza ciekła

— dla kolumny A — Sebacynian dwu-2 etyloheksylu do chromatografii gazowej,

— dla kolumny B — olej silikonowy DC-550 do chromatografii gazowej.

g) Aceton cz.

h) Metanol cz.

2.4. **Przygotowanie kolumny chromatograficznej.** Na przygotowany nośnik nanieść 10%(*m/m*) fazy ciekłej rozpuszczonej w chloroformie. Przygotowanym wypełnieniem napełnić kolumnę chromatograficzną i kondycjonować ją 48 h w temperaturze pracy kolumny przy natężeniu przepływu gazu nośnego około 5 ml/min.

2.5. **Charakterystyka kolumny chromatograficznej** — wg tabl. 1 i 2.

Tablica 1. Charakterystyka kolumny chromatograficznej typu A oraz względne czasy retencji poszczególnych składników frakcji pentanowych

Wymagania	Detektor	
	cieplno- przewod- nościowy	płomienio- wo-joniza- cyjny
1	2	3
a) Wypełnienie kolumny	10% Sebacynianu dwu-2 etyloheksylu, 90% chromosorbu P wg 2.3e)	
b) Długość kolumny, cm	170 ± 5	
c) Średnica wewnętrzna kolumny, mm	$5 \div 6$	
d) Temperatura kolumny, °C	40	
e) Temperatura dozownika próbek, °C	100	100
f) Temperatura detektora, °C	150	150

Zgłoszona przez Instytut Technologii Nafty (O)
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 25 sierpnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1987, poz. 13)

cd. tabl. 1

Wymagania	Detektor	
	cieplno- przewod- nościowy	płomienio- wo-joniza- cyjny
1	2	3
g) Gaz nośny	wodór	argon lub azot
h) Natężenie przepływu gazu nośne- go, ml/min	60	100
i) Natężenie przepływu wodoru, ml/min	—	36
j) Natężenie przepływu powietrza, ml/min	—	500
k) Przesuw taśmy rejestracyjnej, mm/min	25,4	20
Składniki frakcji pentanowych	względne czasy retencji	
powietrze	0,21	—
etan + propan	0,33	0,33
izobutan	0,39	0,38
<i>n</i> -butan	0,47	0,46
izopentan	0,80	0,80
<i>n</i> -pentan	1,00	1,00
2,2-dwumetylobutan	1,38	1,38
2,3-dwumetylobutan	1,91	1,91
cyklopentan	1,91	1,91
2-metylopentan	1,91	1,91

Tablica 2. Charakterystyka kolumny chromatograficznej typu B oraz względne czasy retencji poszczególnych składników frakcji pentanowych

Wymagania	Detektor	
	cieplno- przewod- nościowy	płomienio- wo-joniza- cyjny
1	2	3
a) Wypełnienie kolumny	10% oleju silikonowego DC-550 90% chromosorbu W AWD MCS wg 2.3e)	
b) Długość kolumny, cm	320	
c) Średnica wewnętrzna kolumny, mm	2	
d) Temperatura kolumny, °C	20 ±3	20 ±3
e) Temperatura dozownika próbek, °C	100	100
f) Temperatura detektora, °C	150	150
g) Gaz nośny	wodór	argon lub azot
h) Natężenie przepływu gazu nośne- go, ml/min	20	20
i) Natężenie przepływu wodoru, ml/min	—	60
j) Natężenie przepływu powietrza, ml/min	—	240
k) Przesuw taśmy rejestracyjnej, mm/min	6,4	6,4
Składniki frakcji pentanowych	względne czasy retencji	
powietrze	0,22	—
etan + lżejsze węglowodory	0,32	0,33

cd. tabl. 2

Wymagania	Detektor	
	cieplno- przewod- nościowy	płomienio- wo-joniza- cyjny
1	2	3
propan	0,38	0,38
izobutan	0,45	0,45
<i>n</i> -butan	0,51	0,52
izopentan	0,82	0,82
<i>n</i> -pentan	1,00	1,00
2,2-dwumetylobutan	1,25	1,25
2,3-dwumetylobutan	1,71	1,71
cyklopentan	1,71	1,71
2-metylopentan	1,71	1,71

Wymagania zamieszczone w b), c), h), i), j) i k) (tabl. 1 i 2), podane są przykładowo i można je dobrać tak, aby otrzymać najlepszy rozdział badanych składników.

2.6. Wykonanie oznaczania. Uruchomić chromatograf wg instrukcji wytwórcy aparatu. Podczas używania gazów sprężonych należy zachować przepisy bhp ujęte w rozporządzeniu Ministrów Pracy i Opieki Społecznej oraz Zdrowia z dnia 15 maja 1954 r. w sprawie bezpieczeństwa i higieny pracy przy użytkowaniu butli z gazami sprężonymi, skroplonymi i rozpuszczonymi pod ciśnieniem.

Po ustaleniu natężenia przepływu gazu wprowadzić próbkę badanej frakcji do kolumny chromatograficznej.

Czułość chromatografu i wielkość próbki powinny być tak dobrane, aby pik reprezentujący składnik o maksymalnym stężeniu miał wysokość około 80% skali rejestratora. Podane w tablicach wymagania zapewniają optymalny rozdział składników w czasie trwania analizy wynoszącym około 5 minut. Przez zmiany temperatury termostatu lub zmiany natężenia przepływu gazu nośnego można uzyskać zmiany w rozdzielaniu składników i zmiany czasu trwania analizy.

Zgodnie z wymaganiami wg 2.5 wykonać chromatogram badanej frakcji pentanowej i zmierzyć czasy retencji poszczególnych składników.

Następnie obliczyć względne czasy retencji dzieląc czasy retencji składników analizowanej próbki przez czas retencji *n*-pentanu. Na podstawie otrzymanych wyników zidentyfikować składniki przez porównanie z danymi umieszczonymi w tabl. 1 lub 2.

Za pomocą integratora lub lupy wg 2.2c) zmierzyć powierzchnie pików poszczególnych składników.

Zawartość poszczególnych składników X_i w badanej frakcji obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_i = \frac{\frac{A_i}{C_i} \cdot 100}{\sum_{i=1}^n \frac{A_i}{C_i}}$$

w którym:

$A_1, A_2 \dots A_n$ — powierzchnie pików poszczególnych składników $X_1, X_2 \dots X_n$ obliczone z chromatogramu, mm^2 ,

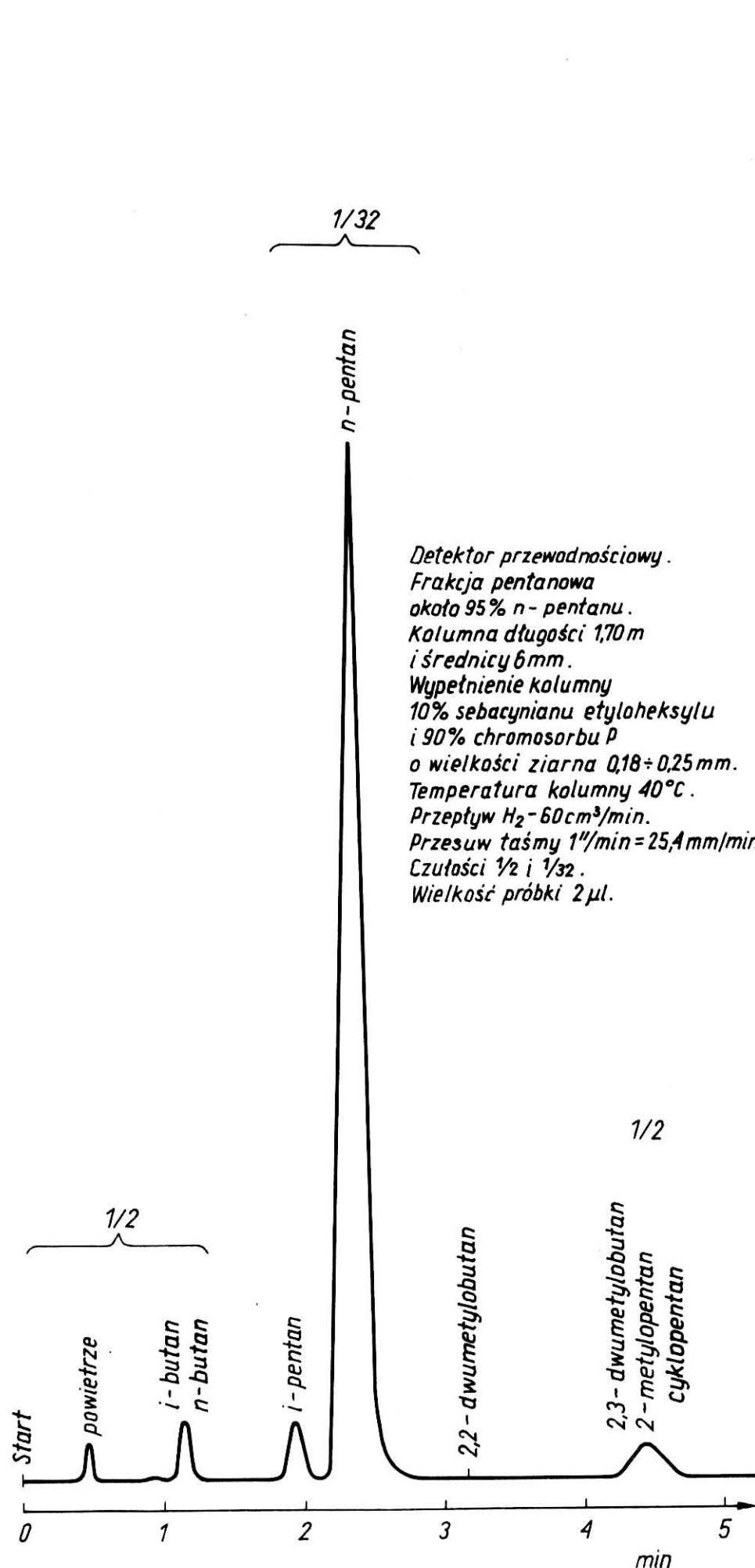
$C_1, C_2... C_n$ — czułość rejestratora, przy których rejestrowano piki dla poszczególnych składników $X_1, X_2... X_n$ wyrażone jako ułamki czułości maksymalnej równej 1,

$$\sum_{i=1}^{i=n} \frac{A_i}{C_i}$$

— suma ilorazów powierzchni pików wszystkich składników $A_1, A_2... A_n$ dzielonych przez czułości rejestratora $C_1, C_2... C_n$ dla poszczególnych składników, mm^2 .

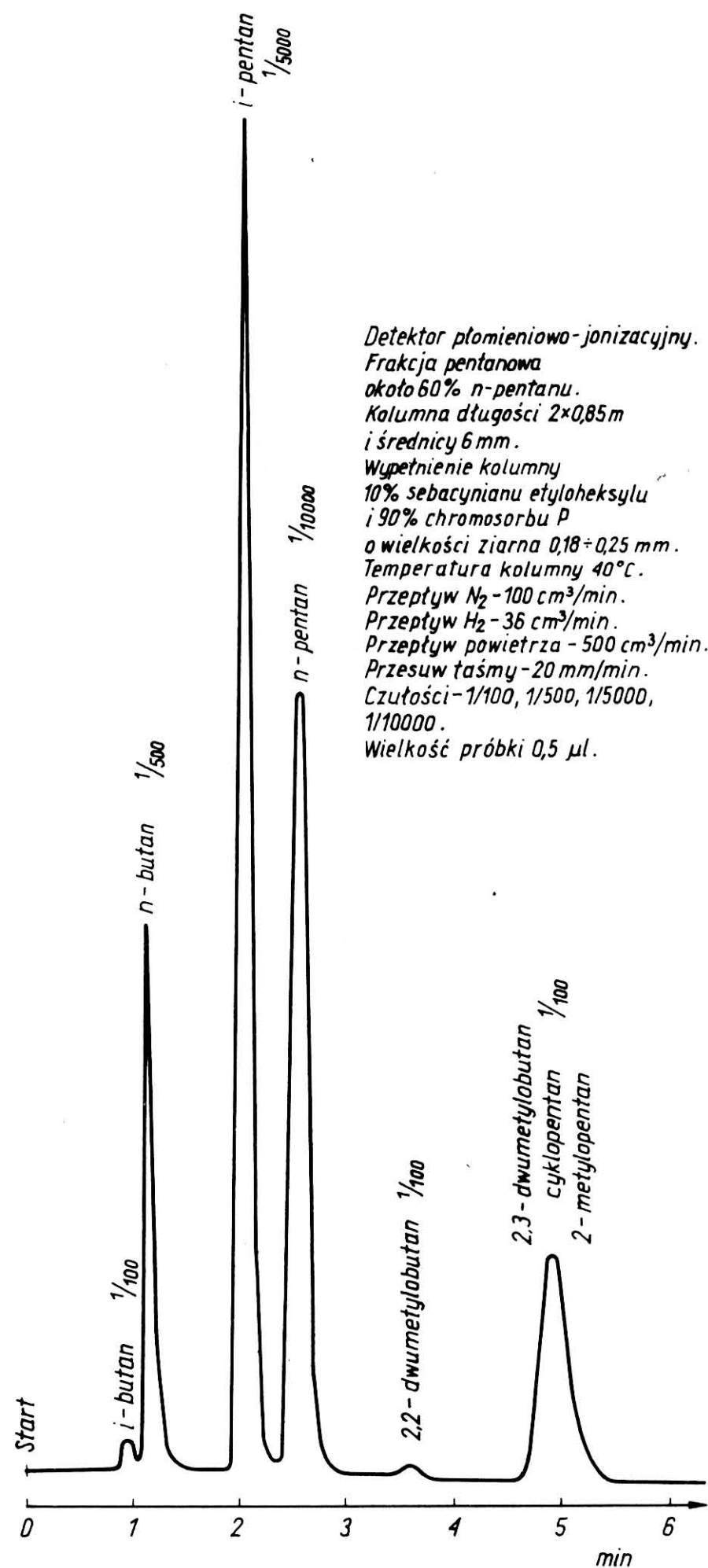
Współczynniki korekcyjne we wzorze przyjęto za równe 1.

Na rys. 1 i 2 przedstawiono przykładowo chromatogramy frakcji pentanowej uzyskane przy zastosowaniu kolumny A, a na rys. 3 i 4 przedstawiono przykładowo chromatogramy frakcji pentanowej uzyskane przy zastosowaniu kolumny B.



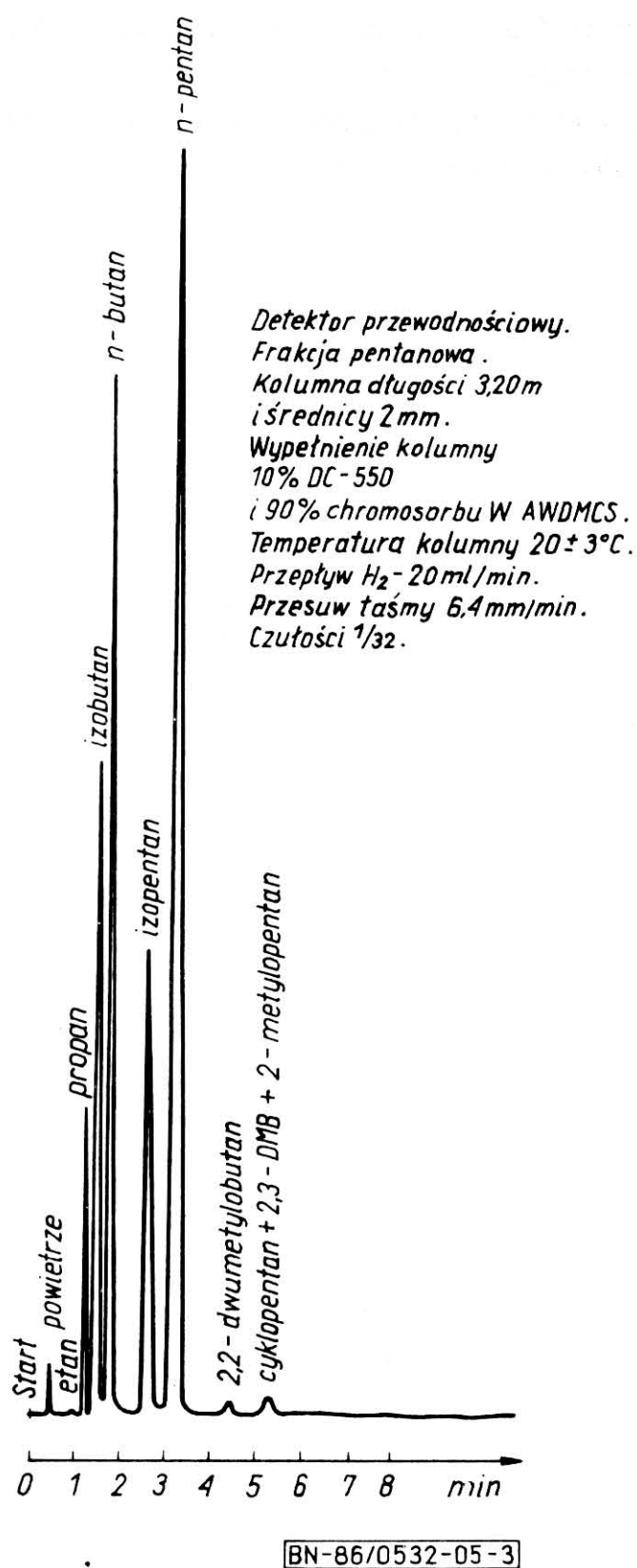
BN-86/0532-05-1

Rys. 1



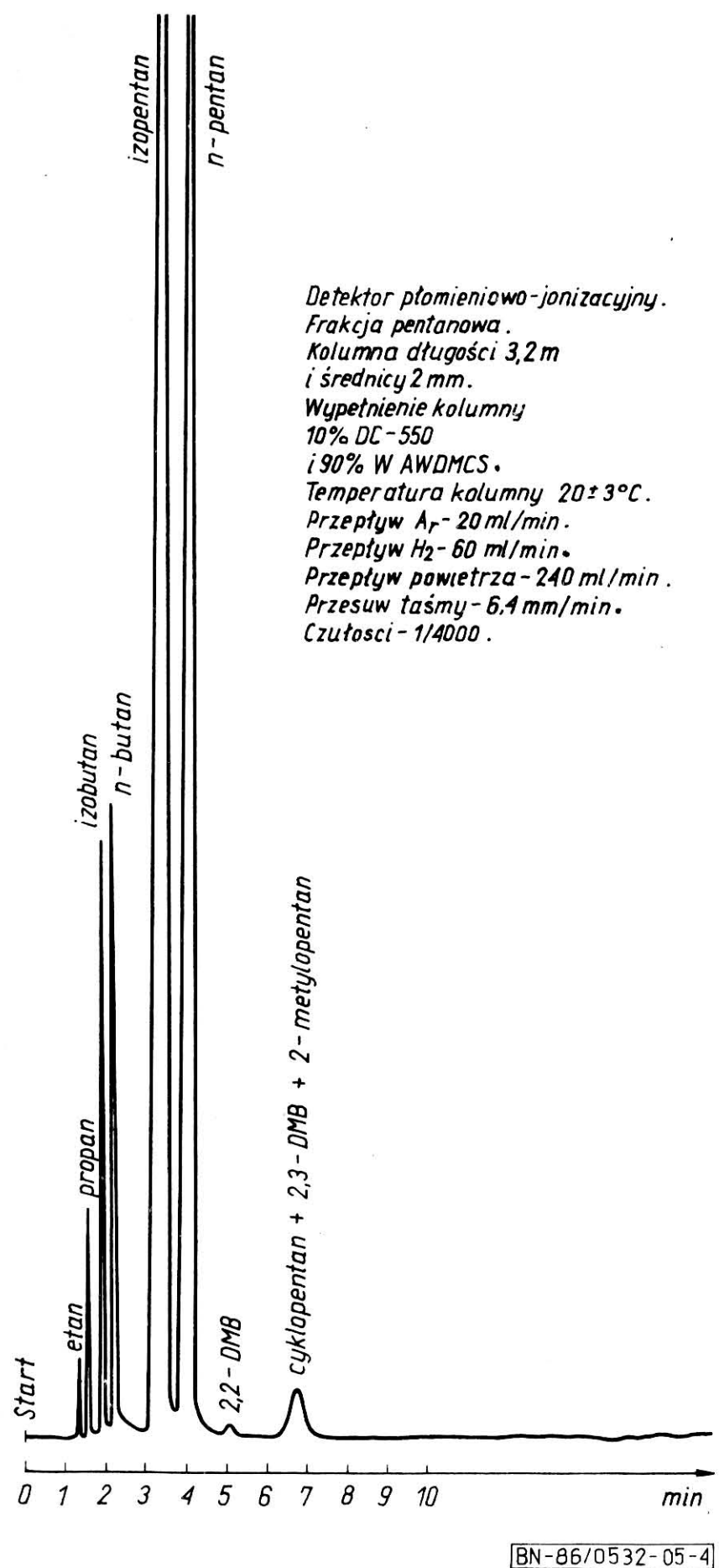
BN-86/0532-05-2

Rys. 2



Rys. 3

2.7. Wynik końcowy. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż podano w tabl. 3.



Rys. 4

Tablica 3 — Dopuszczalna różnica wyników oznaczania

Zawartość składnika %(m/m)	Dopuszczalna różnica wyników oznaczania, % wyniku najmniejszego
1 ÷ 3	10
powyżej 3 ÷ 10	5
powyżej 10 ÷ 40	2
powyżej 40 ÷ 70	1
powyżej 70	0,5

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Technologii Nafty.
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/0532-05
 - a) wprowadzono argon jako gaz nośny przy zastosowaniu chromatografu z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym,
 - b) uzupełniono względne czasy retencji dla etanu i propanu, oznaczanych łącznie na kolumnie A,
 - c) wprowadzono jako alternatywną drugą kolumnę chromatograficzną (B), różniącą się wymiarami, wypełnieniem i warunkami pracy, umożliwiającą oddzielnie oznaczanie zawartości propanu i lżejszych węglowodorów.
3. Normy i dokumenty związane
PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

- PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny
PN-74/C-84913 Powietrze sprężone
PN-74/T-06507/00 Chromatografy gazowe laboratoryjne. Nazwy i określenia
BN-69/6017-09 Gazy szlachetne. Argon spawalniczy sprężony
- Rozporządzenie Ministrów Pracy i Opieki Społecznej oraz Zdrowia z dnia 15 maja 1954 w sprawie bezpieczeństwa i higieny pracy przy użytkowaniu butli z gazami sprężonymi, skroplonymi i rozpuszczonymi pod ciśnieniem (Dz. U. nr 29 poz. 115).
4. Autorzy projektu normy — mgr Stanisława Zymon, mgr Barbara Benowicz — Instytut Technologii Nafty.