

## РАСШИРЕНИЕ ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ГАЗО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР КИПЕНИЯ УГЛЕВОДОРОДОВ И ИХ ФРАКЦИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОРОТКИХ КОЛОНОК

В.Г.Березкин, А.Б.Куликов  
ИНХС РАН, Москва

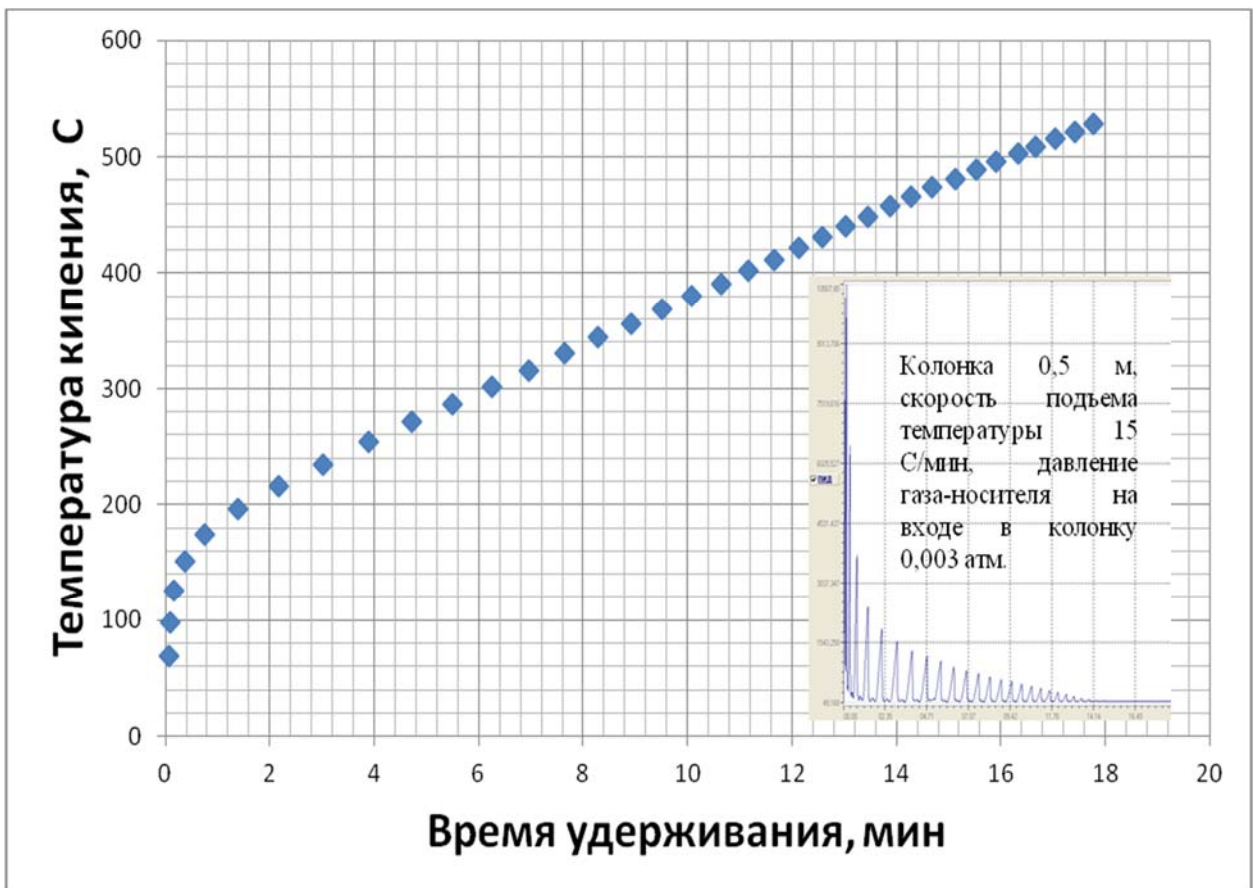
**Имитированная дистилляция (ИД)** - газохроматографический метод анализа, основанный на определении содержания индивидуальных углеводородов или отдельных фракций в многокомпонентной смеси в соответствии с их температурами кипения. ИД проводят в режиме линейного повышения температуры на капиллярных колонках с неселективной неподвижной фазой длиной 5-30 м.

**Недостатки ИД:** вымывание в ходе анализа следов тяжелых остатков предыдущих образцов; повышение базовой линии в конце хроматограммы из-за уноса неподвижной фазы при высоких температурах колонки (ошибки в количественном определении).

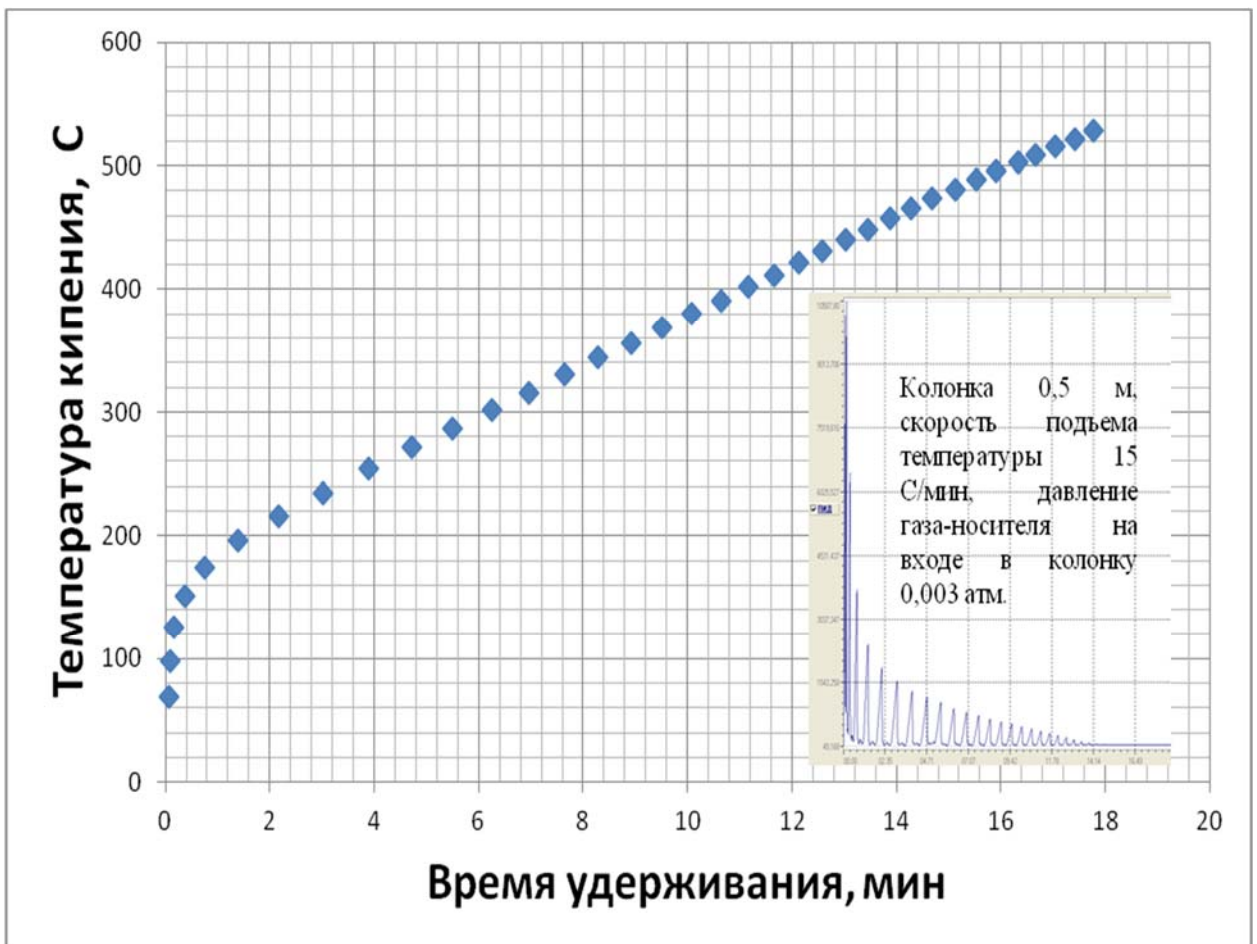
**Экспериментальная часть:** Хроматограф «Кристаллюкс 4000М», капиллярные колонки Rtx-1 (пр-во Restek, 100% диметилполисилоксан, ID=0,25 mm, df=0,25  $\mu$ m) различной длины (0,5-4 м). Детектор – ПИД, температуры инжектора и детектора – 350°C, газ-носитель – гелий, режим анализа – программируемый подъем температуры от 40 до 320°C. Ввод пробы 0,1 мкл, сброс 1:20, калибровочная смесь - n-парафины C5-C42.

Увеличения экспрессности анализа без существенной потери качества определения удалось достичь за счет снижения длины колонки. Калибровочная кривая имеет линейный характер для углеводородов с  $T_{кип}$  выше 175°C (n-C10) во всем интервале температур, величина разрешения для n-C16 и n-C18 равна 4,5.

Предложен новый вариант газохроматографического метода определения интервалов кипения углеводородных смесей. Использование коротких (0,5 м и меньше) колонок позволило повысить экспрессность анализа по сравнению с известными вариантами. Такой вариант практически лишен такого недостатка, как вымывание в ходе анализа следов тяжелых остатков предыдущих образцов. Понижение температуры элюирования компонентов анализируемых смесей за счет снижения скорости нагревания предотвращает значительный унос неподвижной фазы при высоких температурах и позволяет точнее определять фракционный состав для соединений с высокими температурами кипения. Выход компонентов при более низкой температуре предотвращает крекинг высококипящих компонентов внутри нее. Повышена верхняя определяемая граница температур кипения.



Зависимость времени удерживания от температуры кипения углеводородов для колонки с  $l = 4,0$  м



Зависимость времени удерживания от температуры кипения углеводородов для колонки с  $l = 0,5$  м