

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

97 745

**Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 17.03.76 (P. 188065)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 17.01.77

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1978

MKP

G01n 31/08

Int. Cl.³

G01N 31/08

Twórca wynalazku: Maria Mandelbaum

**Uprawniony z patentu tymczasowego: Główny Instytut Górnictwa,
Katowice (Polska)**

Sposób oznaczania składu grupowego hydrogenizatów węglowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania składu grupowego hydrogenizatów węglowych metodą chromatografii adsorpcyjno-elucyjnej.

Znany jest sposób oznaczania składu grupowego hydrogenizatów węglowych powyższą metodą, polegający na rozdziale próbki hydrogenizatu na kolumnie chromatograficznej wypełnionej tlenkiem glinowym, wymyciu zaadsorbowanych węglowodorów jednym eluentem i identyfikacji otrzymanych frakcji na spektrofotometrze w zakresie nadfioletu. Opisany sposób, jakkolwiek dokładny, jest bardzo czasochłonny, a identyfikacja składników frakcji chromatograficznych wymaga stosowania skomplikowanej i kosztownej aparatury.

Znany jest również sposób oznaczania składu grupowego węglowodorów, w którym jako detektor frakcji stosowany jest łatwo dostępny refraktometr Abbego. Sposób ten polegający na rozdziale mieszaniny węglowodorów na kolumnie wypełnionej tlenkiem glinowym i żelazem krzemionkowym, wymyciu zaadsorbowanych węglowodorów kilkoma eluentami, a następnie odparowaniu eluentu i oznaczeniu w pozostałości współczynnika załamania światła, zdaje egzamin tylko w przypadku produktów naftowych. Różnice w składzie chemicznym produktów petrochemicznych i karbochemicznych są przyczyną różnic w wartościach współczynnika załamania światła dla kolejnych frakcji uzyskiwanych podczas rozdziału tych mieszanin, dlatego też współczynniki załamania światła charakterystyczne dla frakcji produktów naftowych nie mogą być miarodajne przy oznaczaniu składu grupowego hydrogenizatów węglowych.

Celem wynalazku jest opracowanie skutecznego sposobu oznaczania składu grupowego hydrogenizatów węglowych z wykorzystaniem refraktromtru Abbego jako detektora frakcji. Cel ten został osiągnięty za pomocą sposobu według wynalazku, którego istota polega na tym, że w otrzymanych frakcjach najpierw mierzy się współczynniki załamania światła, wykorzystując uzyskane wartości tych współczynników do łączenia poszczególnych frakcji w grupy węglowodorów, a następnie odparowuje się eluent i oznacza wydajności wagowe otrzymanych grup węglowodorów.

Przedmiot wynalazku jest dokładniej przedstawiony w przykładzie wykonania poniżej.

Próbkę hydrogenizatu węglowego poddaje się rozdziałowi na kolumnie chromatograficznej wypełnionej $Al_2O_3 \cdot SiO_2$. Zaadsorbowane węglowodory wymywa się pięcioma eluentami o wzrastającej sile elucyjnej.

W każdej z odebranych frakcji mierzy się współczynniki załamania światła, a następnie odparowuje eluent i oznacza wydajności wagowe kolejnych frakcji. W załączonej tablicy są przedstawione uzyskane wyniki.

L.p.	Współczynnik załamania światła n_D^{20}	Udział procentowy frakcji w % wagowych	Główne składniki frakcji oznaczone spektrofotometrycznie
1	1.3881	0,006	węglowodory nasycone parafiny i nafteny
2	1.3892	0,015	
3	1.3890	0,01	
4	1.3892	0,34	
5	1.3902	1,46	
6	1.3904	1,85	
7	1.3894	1,18	
8	1.3893	0,82	
9	1.3894	0,72	
10	1.3893	0,48	
11	1.3892	0,18	
12	1.3891	0,14	
13	1.3891	0,08	
14	1.3891	0,06	
15	1.3891	0,06	
16	1.3991	0,06	
17	1.3890	0,04	
18	1.3911	1,97	indan, ośmiohydroantracen indan, ślady tetraliny indan, tetralina tetralina, indan tetralina, ślady indanu ślady indanu, tetralina, śl. naftalenu tetralina, ślady indanu
19	1.3962	4,59	
20	1.3957	3,39	
21	1.3952	2,42	
22	1.3948	1,96	
23	1.3943	1,51	
24	1.3935	1,46	
25	1.4088	5,63	naftalen naftalen metylnaftaleny metylnaftaleny metylnaftaleny metylnaftaleny, fenantren, fluoren
26	1.4108	5,43	
27	1.4110	4,63	
28	1.4126	4,07	
29	1.4142	4,35	
30	1.4115	3,17	
31	1.4192	3,82	fenantren, fluoren fenantren, piren fenantren, piren piren, ślady fenantrenu piren, fluoranten fluoranten, piren fluoranten benzofluoren, benzo-g-h-i-perylen benzofluoren, chryzen chryzen
32	1.4181	3,74	
33	1.4177	3,02	
34	1.4558	8,02	
35	1.5093	6,63	
36	1.5049	2,48	
37	1.5040	1,49	
38	1.5026	1,06	
39	1.5026	1,03	
40	1.5031	0,42	
41	1.4441	6,15	węglowodory żywiczne
42	1.4346	1,25	
43	1.4332	0,27	
44	1.4364	0,18	

Kryterium pozwalającym oddzielić węglowodory wielopierścieniowe i żywice jest ciemne zabarwienie tych ostatnich.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania składu grupowego hydrogenizatów węglowych metodą chromatografii adsorpcyjno-elucyjnej z zastosowaniem kilku eluentów o wzrastającej sile elucyjnej, w którym mieszaninę węglowodorów rozdziela się na kolumnie chromatograficznej i odbiera 15-sto mililitrowe frakcje stanowiące roztwór wymywanych węglowodorów w eluencie, z n a m i e n n y t y m, że w otrzymanych frakcjach najpierw mierzy się współczynniki załamania światła, wykorzystując uzyskane wartości tych współczynników do łączenia poszczególnych frakcji w grupy węglowodorów, a następnie odparowuje się eluent i oznacza wydajności wagowe otrzymanych grup węglowodorów.