

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

49720

Patent dodatko-  
wy do patentu: \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 25. V. 1964 (P 104 654)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 7. X. 1965

Kl. 421, 3/02

MKP G. 01 n

31/08

UKD

BIBLIOTEKA

Urzedu Patentowego

Twórca wynalazku: dr inż. Anna Marzec

Właściciel patentu: Politechnika Śląska (Katedra Technologii Nafty  
i Paliw Płynnych), Gliwice (Polska)

## Sposób wytwarzania wskaźnika do chromatograficznego ozna- czania węglowodorów aromatycznych w mieszaninach z innymi węglowodorami

1

Metoda chromatograficzna oznaczania zawarto-  
ści węglowodorów aromatycznych we frakcjach  
ropy naftowej, paliwach ciekłych i innych cie-  
czach węglowodorowych polega na wprowadzaniu  
próbki na kolumnę chromatograficzną, gdzie ba-  
dana substancja zostaje całkowicie zaadsorbowa-  
na, na pomiarze długości odcinka pionowego ko-  
lumnny z zaadsorbowanymi węglowodorami aroma-  
tycznymi i długości odcinka z zaadsorbowanymi  
innymi węglowodorami oraz na znalezieniu sto-  
sunku tych długości. W celu dokonania pomiaru  
odcinków niezbędne jest uwidocznienie górnej  
granicy strefy adsorpcji oraz granicy między od-  
cinkami z węglowodorami aromatycznymi i z in-  
nymi węglowodorami. Do tego służy barwny  
wskaźnik.

Znany jest i ogólnie stosowany wskaźnik wy-  
mieniony w normach amerykańskiej i brytyjskiej  
dotyczących paliw ciekłych produkowany przez  
pewną określoną firmę. Ani skład chemiczny tego  
wskaźnika ani sposób jego wytwarzania nie są  
publikowane poza jedyną wiadomością, że zawiera  
on znany barwnik Sudan III. Wskaźnik ten nie  
jest trwały i nie powinien być stosowany poza  
pewnym okresem czasu, a ponadto jest o tyle  
niewygodny, że granica między wymienionymi  
powyżej odcinkami ujawnia się wyraźnie drogą  
fluorescencji pod działaniem promieni nadfiołko-

2

wych, a w świetle widzialnym nie jest dostatecz-  
nie wyraźna.

Przeprowadzono badanie nad zachowaniem się  
różnych ciał barwnych w kolumnie chromatogra-  
ficznej podczas pochłaniania w niej węglowodo-  
rów. Okazało się, że znany barwnik Sudan III,  
wystarcza całkowicie do wykazania górnej gra-  
nicy strefy adsorpcji, zaś do wykrywania granicy  
między odcinkami z węglowodorami aromaty-  
cznymi i innymi węglowodorami, nadaje się dosko-  
nale pewna frakcja pozostałości podestylacyjnej  
ropy naftowej otrzymana w sposób opisany poni-  
żej. Mieszanina tej frakcji z wymienionym barw-  
nikiem stanowi wskaźnik nie ustępujący w prak-  
tycznym zastosowaniu wskaźnikowi znanemu.  
Wskaźnik ten jest łatwo dostępny, bardzo tani  
i trwały, a ponadto nie wymaga posługiwania się  
światłem nadfiołkowym.

Według wynalazku w celu wytworzenia wskaź-  
nika do opisanej wyżej metody chromatograficz-  
nej poddaje się destylacji ropę naftową uzysku-  
jąc pozostałość ciekłą i nierozłożoną termicznie.  
Tę pozostałość rozpuszcza się w węglowodorze  
nasyconym, np. w heksanie lub izooktanie i po-  
zostawia około 24 godziny do wytrącenia asfalte-  
nów. Następnie po odsączeniu wprowadza się ją  
na kolumnę chromatograficzną. Kolumnę eluuje  
się najpierw izooktanem aż do uzyskania czystego  
izooktanu w wypływie, a następnie ksylenem.

Z pierwszej części otrzymanego ksylenowego eluatu odpędza się ksylen, a pozostałość miesza starannie z barwnikiem Sudan III w stosunku około 0,5—5 części wagowych barwnika na 100 części wagowych eluatu uwolnionego od ksylenu. Tak otrzymana mieszanina jest gotowym wskaźnikiem. Jeżeli ma ona zbyt dużą lepkość wprowadza się do niej niewielki dodatek ksylenu.

Przykład. 300 g krajowej ropy „Fellnerówka” destylowano do 330 °C pod ciśnieniem około 0,1 mm Hg. Otrzymano pozostałość ciekłą w ilości 120 g. 100 g tej pozostałości rozpuszczono w 3 litrach izooktanu i pozostawiono na przeciąg 24 godzin, po czym odsączono asfalteny i zagęszczono do objętości 200 ml przez odpędzenie izooktanu. Ciecz tę wprowadzono na kolumnę z żelalem krzemionkowym o średnicy 55 mm, wysokości 1,5 m gdzie uległa pochłonięciu. Kolumnę przemywano izooktanem aż do uzyskania w izooktanie wypływającym z kolumny współczynnika załamania światła identycznego ze współczynnikiem świeżego izooktanu. Następnie wprowadzono na kolumnę 500 ml ksylenu. Pierwsze 300 ml eluatu ksylenowego użyto do dalszej pracy. Po

odpędzeniu ksylenu na łaźni wodnej przez przedmuchiwanie azotem uzyskano 31 g pozostałości. Do tej pozostałości dodano 0,6 g barwnika Sudan III oraz rozcieńczono dodatkiem 10 g ksylenu. Otrzymano ciecz nadającą się doskonale jako wskaźnik do wyżej wymienionej metody chromatograficznej.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania wskaźnika do chromatograficznego oznaczania węglowodorów aromatycznych w mieszaninach z innymi węglowodorami zawierającego barwnik Sudan III, **znamienny tym**, że pozostałość po destylacji ropy naftowej uwalnia się w znany sposób od asfaltenów przez rozpuszczenie w nasyconym węglowodorze, pozostawienie do odstania i przesączenia, a następnie po odpędzeniu rozpuszczalnika wprowadza na kolumnę chromatograficzną, eluuje kolumnę izooktanem do uzyskania czystego izooktanu w wypływie, a następnie ksylenem, odbiera się pierwszą część eluatu ksylenowego, a po odpędzeniu ksylenu miesza z barwnikiem Sudan III.