



Аналитические возможности МаэстроВЭЖХ на примере определения ароматических углеводородов в дизельном топливе в соответствии с ГОСТ Р ЕН 12916-2008 / IP-391

*Яшин А. Я. к. х. н., ведущий инженер отдела исследований и разработок, ООО Интерлаб, Россия, Москва*

#### Ключевые слова

Жидкостная хроматография, дизельное топливо, ароматические углеводороды, рефрактометрический детектор, ГОСТ Р ЕН 12916-2008 / IP-391

#### Резюме

Количество ароматических углеводородов в дизельном топливе влияет на работоспособность и на срок службы двигателя. Поэтому содержание ароматических углеводородов в дизельном топливе должно быть минимальным.

Определение этих веществ необходимо при контроле качества дизельного топлива.

## Введение

Данный документ показывает аналитические возможности жидкостного хроматографа «Маэстро ВЭЖХ» для определения массовой доли моноароматических (МАУ), диароматических (ДАУ) и три+-ароматических (Т+АУ) углеводородов в дизельном топливе, которое может содержать не более 5% об. сложных метиловых эфиров жирных кислот (FAME), а также и в нефтяных дистиллятах с диапазоном кипения от 150 °С до 400 °С.

## Экспериментальная часть

Для анализа использовали ГСО 10130-2012 массовой доли полициклических ароматических углеводородов в нефтепродуктах (ПАУ-ДТ-ЭК) и гептан со степенью чистоты, соответствующей употреблению в ВЭЖХ (Panreac)

### Инструменты:

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с рефрактометрическим детектором

Колонка: ZORBAX NH2, 4.6 x 250 mm, 5 µm

Вставки предколоники ZORBAX NH2, 4.6 x 12.5 mm, 5 µm

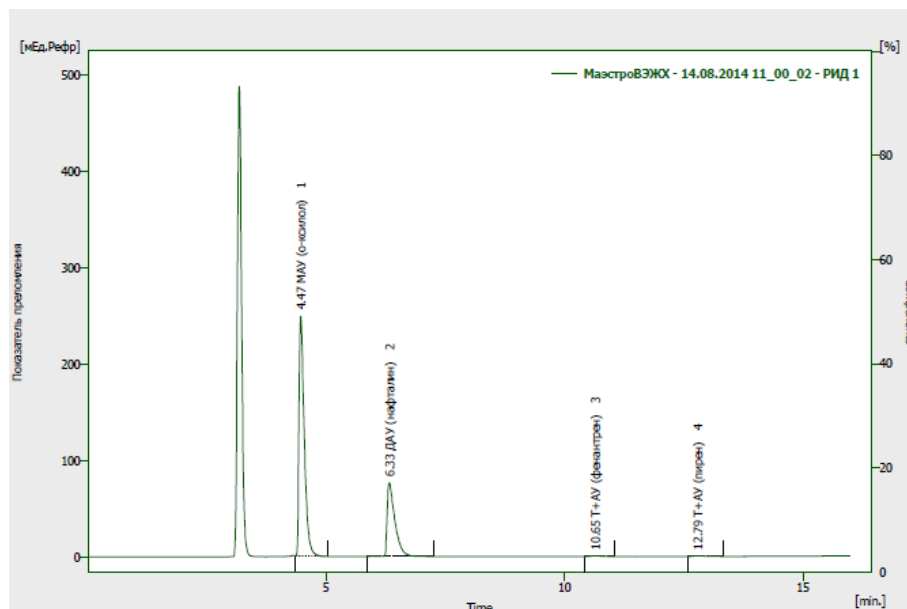
Держатель вставок предколоники ZORBAX

Микрошприц для жидкостной хроматографии, 50 µl

## Результаты и обсуждения

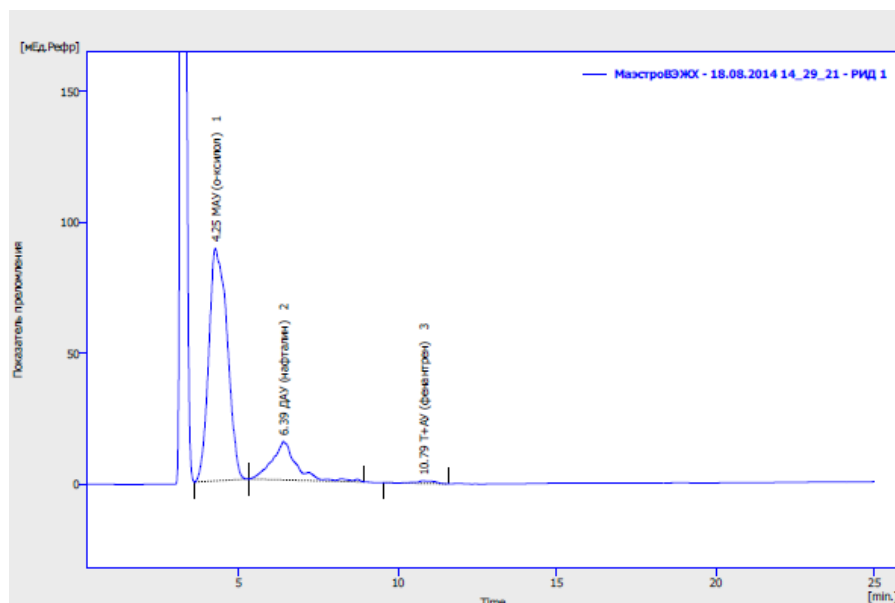
Ароматические углеводороды условно определяют по времени удерживания на колонке для жидкостной хроматографии с аминированной фазой в сравнении со временем удерживания эталонных ароматических углеводородов с последующим детектированием по коэффициенту рефракции. Количественные соответствия устанавливают путем независимого анализа смеси известного состава с использованием одного эталонного углеводорода для каждой группы ароматических углеводородов, причем этот углеводород не должен обязательно присутствовать в реальной пробе.

Пример хроматограммы стандартного образца ГСО 10130-2012.



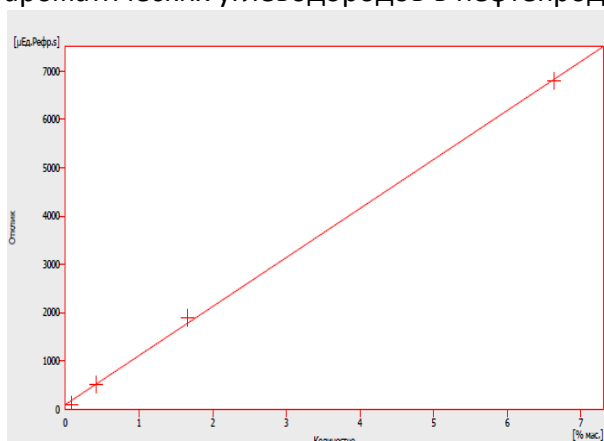
Условия: колонка Zorbax NH2 4.6x250 мм, 5 мкм; предколонка Zorbax NH2, 4.6x12.5 мм, 5 мкм. Элюент: гептан для ВЭЖХ. Расход элюента: 1 мл/мин. Объем пробы: 10 мкл; Детектор: рефрактометрический

Пример хроматограммы дизельного топлива:



Условия: колонка Zorbax NH2 4.6x250 мм, 5 мкм; предколонка Zorbax NH2, 4.6x12.5 мм, 5 мкм. Элюент: гептан для ВЭЖХ. Расход элюента: 1 мл/мин. Объем пробы: 10 мкл. Детектор: рефрактометрический

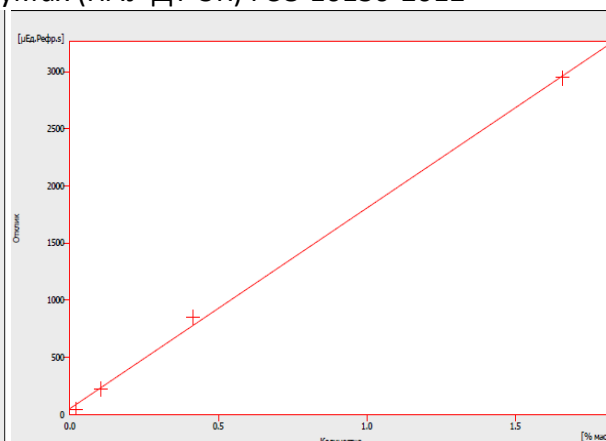
Пример градуировочных графиков компонентов ГСО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в нефтепродуктах (ПАУ-ДТ-ЭК) ГСО 10130-2012



МАУ (о-ксилол)

$$Y = 1014.81415 * X + 96.55126$$

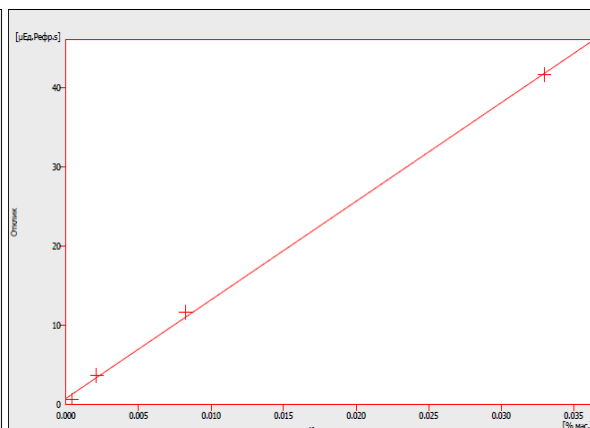
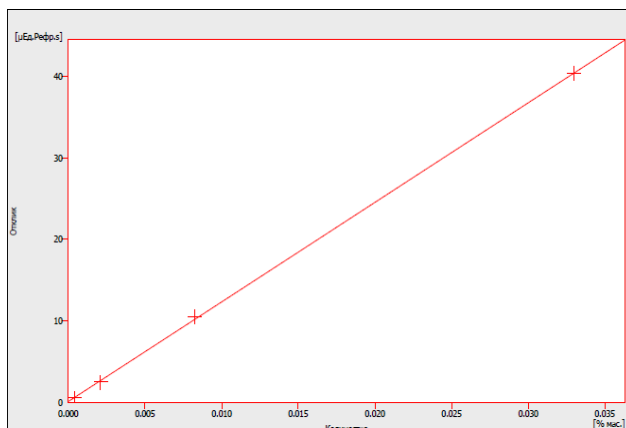
Коэффициент корреляции: 0.9995668



ДАУ (нафталин)

$$Y = 1755.17663 * X + 50.98997$$

Коэффициент корреляции: 0.9992284



T+AY (фенантрен)

$$Y = 1222.81235 * X + 0.10471$$

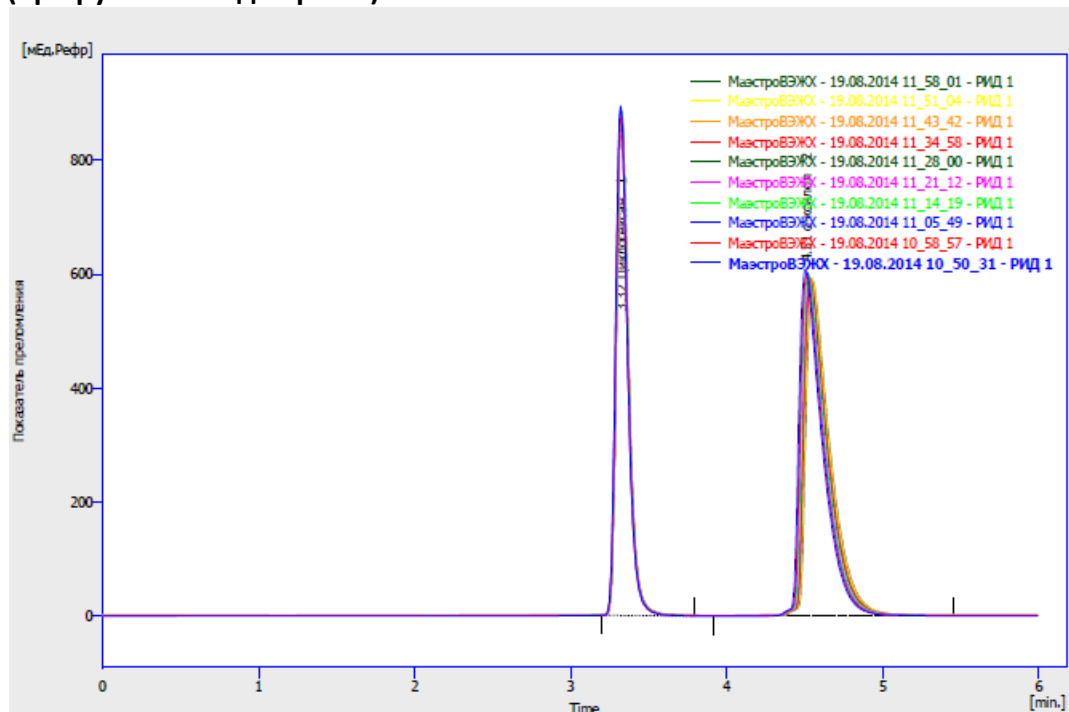
Коэффициент корреляции: 0.9999199

T+AY (пирен)

$$Y = 1246.87205 * X + 0.7482$$

Коэффициент корреляции: 0.9995527

**Определена повторяемость результатов анализа на примере циклогесана и о-ксилола (n=10) (при ручном вводе пробы)**



Название компонента	СКО, %, по времени удерживания	СКО, %, по высоте пика	СКО, %, по площади пика
Циклогексан	0,1	0,99	0,87
О-ксилол	0,32	1,17	0,86

Рефрактометрический детектор в составе жидкостного хроматографа «МаэстроВЭЖХ» обладает характеристиками на уровне детекторов мировых лидеров, а иногда и превосходит их.

Определен уровень шума и дрейф (уход нулевой линии) в следующих условиях: колонка Zorbax NH2 4.6x250 мм, 5 мкм Элюент: гептан для ВЭЖХ. Расход элюента: 1 мл/мин.

**Шум  $2 \times 10^{-9}$  ед.рефракции**


**Дрейф  $0,1 \times 10^{-6}$  ед.рефракции/ч**

# Пример отчета

26.08.2014 14:38

Хроматограмма C:\Clarity\IP391\Data\diesel fuel.PRM

Страница 1 из 1

<p>КОМПАНИЯ</p> 	<p><b>Хроматограмма</b> дизельного топлива навеска 2,92г / 20 мл гептана</p>
---	--

Метод	: RID5056	По	: Administrator
Описание	: ГОСТ Р ЕН 12916-2008		
Создан	: 07.08.2014 10:26	Изменен	: 26.08.2014 14:32
Колонка	: Zorbax NH2 4.6x250 mm, 5 mkm, Zorbax NH2 Guard Cartridges, 4.6x12.5 mm, 5 mkm	Обнаружение	: Рефрактометрический детектор
Подвижная фаза	: Гептан	Температура	: 30 0C
Скорость потока	: 1 мл/мин	Давление	: 32 бар
Примечание	: Объем пробы 10 мкл		

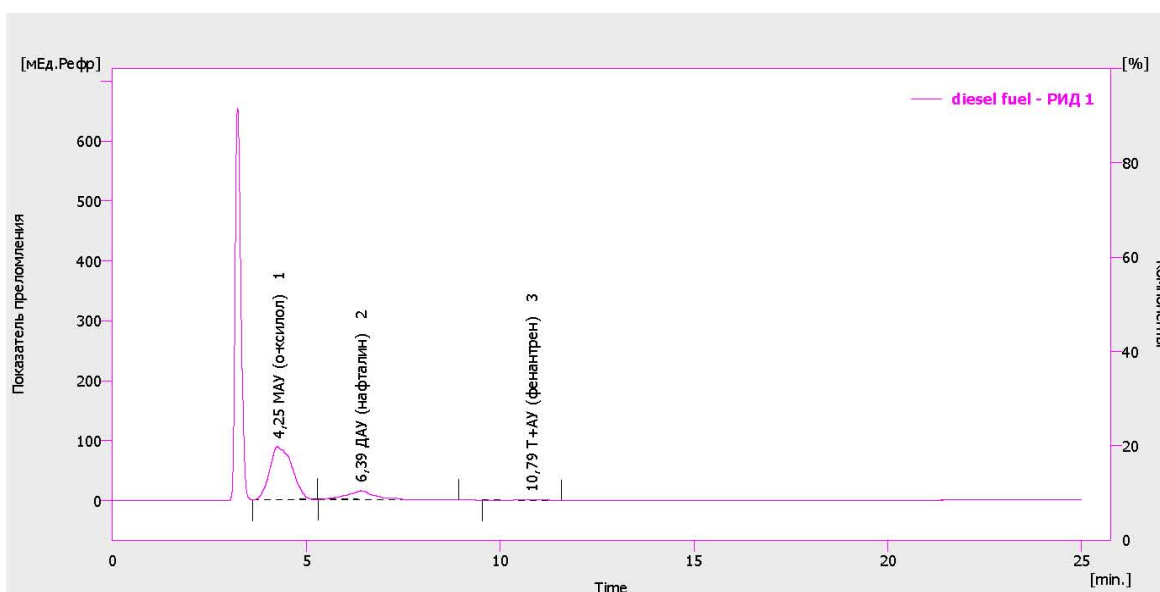


Таблица результатов (Метод внешнего стандарта - diesel fuel - РИД 1)

	Время удерживания [мин]	Площадь [μЕд.Рефр.s]	Высота [μЕд.Рефр]	Количество [% мас.]	Название вещества
1	4,253	3571,228	88,593	23,454	MAU (о-ксилол)
2	6,393	781,515	14,699	2,851	ДАУ (нафталин)
3	10,793	42,778	0,974	0,239	Т+АУ (фенантрен)
	Суммарное значение	4395,521	104,266	26,544	

## Выводы

Жидкостный хроматограф «Маэстро ВЭЖХ» с рефрактометрическим детектором показал отличные результаты в определении массовой доли моноароматических (МАУ), диароматических (ДАУ) и три+-ароматических (Т+АУ) углеводородов в дизельном топливе в соответствии с ГОСТ Р EN 12916-2008 / IP-391. Жидкостный хроматограф «Маэстро ВЭЖХ» с рефрактометрическим детектором можно рекомендовать предприятиям для определения этих веществ при контроле качества дизельного топлива.

## Ссылки

1. ГОСТ Р EN 12916-2008
2. Статья «Meeting the Requirements of EN12916:2006 (IP391/07) Using Agilent 1200 Series HPLC Systems», каталожный номер Agilent Technologies5990-9534EN