

УДК 662.74:543.54

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ КОНЦА ОТГОНА 97% ПРОБЫ СЫРОГО БЕНЗОЛА СБ-1

Манин Н.С., начальник ПТО, ОАО «Кокс», г. Кемерово

Харланчук Т.С., лаборант ЦЗЛ, ОАО «Кокс»

В настоящее время определение температуры конца отгона 97% пробы сырого бензола БС-1 производится по ТУ 1104-241419-395-167-2001, которое заключается в разгонке сырого бензола со скоростью отбора конденсата 4-5 мл/мин на установке для перегонки по ГОСТ 2706.13-74. За температуру конца отгона сырого бензола БС -1 принимают температуру, при которой отгонится 97% пробы БС-1. Погрешность результатов анализа зависит от точности показаний термометра, мерного цилиндра, герметичности соединений установки. Потери после окончания разгонки не должны превышать 1 см³. К отрицательным моментам следует также отнести большой расход реактивов с последующей их утилизацией, что весьма негативно сказывалось на санитарно-гигиенических условиях рабочего места сотрудников и окружающей среды в целом. Временные затраты на проведение анализа составляли более 80 мин.

Для усовершенствования метода определения температуры конца отгона 97% пробы сырого бензола БС-1 в ЦЗЛ ОАО «Кокс» было проведено исследование, направленное на разработку газохроматографического метода как оптимального при анализе сложных многокомпонентных смесей. Особо важным является оперативность контроля технологического процесса получения бензола.

Разработка метода анализа сырого бензола БС-1 выполняли на хроматографе «Цвет 800» с системой обработки «Цвет – Аналитик». Для расчета хроматограмм выбран метод внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта использовали ацетофенон. Оптимальный режим хроматографирования представлен ниже.

Тип детектора: пламенно-ионизационный

Длина / диаметр хроматографической колонки: 2 м / 3 мм

Носитель неподвижной фазы: диатомитовый кирпич ИНЗ-600

Силанизатор: триметилхлорсилан

Фракция носителя: 0,25 – 0,5 мм

Неподвижная фаза: 15% ПЭГА

Расход газов:

- аргон - 30 см³/мин
- водород - 30 см³/мин
- воздух - 300 см³/мин

Температура испарителя: 250⁰С

Температура колонки: 150⁰С

Количество вводимой пробы: 1 мкл

Параллельно определяли температуру конца отгона 97% пробы сырого бензола БС-1 перегонкой по ТУ 1104-241419-395-167-2001.

По полученным данным построен график (рис. 1), из которого следует, что с увеличением содержания суммы мезитилена и индена увеличивается температура конца отгона 97% пробы БС-1. Данная зависимость характерна для температуры конца отгона 97% пробы от 128⁰С до 144⁰С.



Рис. 1. График зависимости температуры конца 97 % отгона пробы БС-1 от суммарного содержания мезитилена и индена

По результатам проведенного исследования хроматографический метод определения температуры конца отгона 97% пробы БС-1 внедрен в текущий лабораторный контроль для оценки качества сменной выработки бензола.

Выводы.

Замена лабораторных анализов на газохроматографический, на хроматографе «Цвет 800» позволила:

III Всероссийская научно-практическая конференция
Современные проблемы производства кокса
и переработки продуктов коксования

- оперативно контролировать и управлять технологическим процессом;
- в пять раз сократить время анализа;
- исключить постоянное наблюдение лаборанта за ходом анализа;
- улучшить условия труда лаборанта и снизить воздействие вредных факторов на окружающую среду.