ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
СПЕЦИАЛЬНОЕ КОНСТРУКТОРСКОЕ БЮРО
«ХРОМАТЭК»
(ЗАО СКБ «ХРОМАТЭК»)

г.Йошкар-Ола, ул. Строителей, 94
Телефон/факс: (8362) 68-59-16
Телефон: (8362) 68-59-01
E-mail: mail@chromatec.ru
http://www.chromatec.ru

19.09.2012г. № 01880

На №_____от_____

По месту требования

О применении капиллярных колонок при выполнении анализов по ГОСТ Р 50802-95

Уважаемые господа!

Насадочные колонки, рекомендованные ГОСТ Р 50802-95, обладают рядом недостатков, существенно затрудняющих получение достоверных результатов в анализе сероводорода, метил- и этилмеркаптана в нефти:

- Данные колонки недостаточно инертны по отношению к определяемым компонентам. В результате перед проведением хроматографического анализа их необходимо насытить серосодержащими соединениями. Для этого оператору приходится проводить значительное количество вводов больших объемов стандартного образца и контролировать процесс постепенного увеличения и стабилизации пиков. Эта операция проводится каждый день и занимает много времени. Капиллярные колонки, рекомендуемые СКБ «Хроматэк», не требуют насыщения при соблюдении условий правильной эксплуатации.

- Капиллярные колонки более стабильны, их срок службы выше. Насадочные колонки, рекомендованные ГОСТ, могут достаточно быстро (в течение нескольких месяцев) выйти из строя (их разделительные свойства необратимо ухудшаются) при большом количестве анализов нефти. Для того, чтобы минимизировать негативное влияние нефти на колонку, разработчик ГОСТ рекомендует снижать объем вводимой пробы до 0,2 мкл. Используя шприцы 10 мкл и 1 мкл отобрать такой объем нефти крайне затруднительно ввиду ее большой вязкости. При этом увеличивается минимальная определяемая концентрация серосодержащих компонентов, что в ряде случаев (для малосернистых нефтей) нежелательно. При работе с капиллярными колонками можно вводить в хроматограф 1-2 мкл нефти без какого-либо вреда для колонки. При этом пробу может достаточно стабильно (без пузырьков воздуха) отобрать оператор, еще не имеющий достаточного опыта работы с хроматографом.

- Максимальная температура для рекомендованных ГОСТ колонок – 50 °С (для СДПН), 80 °С (для ТБЦЭП), 100 °С (для ПФЭ на хромосорбе Т). Капиллярные колонки позволяют во время анализа поднимать температуру до 300°С, что гораздо эффективнее удаляет из колонки высококипящие компоненты нефти.

- Капиллярные колонки обладают более высокой эффективностью разделения критических пар углеводородов и серосодержащих компонентов. Условие полного

разделения очень важно для анализа с применением однопламенного детектора ПФД (независимо от его конструкции и производителя). Неполное разделение компонентов приводит к так называемому эффекту гашения эмиссии, снижению чувствительности детектора и, как следствие, недостоверным результатам. Капиллярные колонки, рекомендуемые СКБ «Хроматэк» полностью удовлетворяют требованиям ГОСТ по качеству разделения пиков.

ГОСТ Р 50802-95 содержит следующий текст (выделен курсовом):
*Для получения надежных результатов анализа можно использовать хроматографическую колонку с **любым сорбентом, обеспечивающим разделение серосодержащих соединений** (ССС) и их отделение от углеводородов $C_1 - C_7$, при этом степень разделения (R) для компонентов сероводород метилмеркаптан и метилмеркаптан – этилмеркаптан, а также углеводородов $C_1 - C_7$ и ССС должна быть **не менее 1**.*

Таким образом, колонки, **рекомендованные** ГОСТ, не являются единственно допустимыми к применению. Кроме того, в тексте ГОСТ не сообщается, что наиболее критичны по степени разделения не сероводород-метилмеркаптан, а сероводород-пропан, н-бутан-метилмеркаптан и н-пентан-этилмеркаптан. Опыт СКБ «Хроматэк» говорит, что именно эти компоненты должны иметь степень разделения не менее 1, тогда как в ГОСТ ничего об этом не говорится. Низкая степень разделения серосодержащих между собой приводит к завышению пиков, тогда как низкая степень разделения пар углеводород-ССС – к занижению.

В период 2003-2005 гг. СКБ «Хроматэк» и ВНИИУС (г. Казань) проводили совместные исследования по колонкам, в результате в проекте нового ГОСТ по анализу серосодержащих соединений в нефти капиллярные колонки рекомендованы к применению в явном виде. Кроме того, разработчик ГОСТ предоставил официальное письмо, в котором допускается применение капиллярных колонок в данном анализе.

Технические директор СКБ «Хроматэк»
Устюгов В.С.

Demo
672119018800912