

化 学 分 析

检验瀝青族组份分离质量的试验

中心实验室 瀝青组

我们现行的族组份分析法是用粗孔硅胶和活性氧化铝为吸附剂的双柱层法：在做色层分析前用石油醚沉淀分离沥青质后，滤液被吸附剂吸附，用石油醚脱附出饱和烃，用苯脱附出芳香烃，上下柱拆开，同时用乙醇苯(1:1)脱附出非烃，为了验证该法对各族烃类是否分离得清楚，做了以下的试验。

(一) 试 剂

① 切片石蜡作饱和烃标准：把切片石蜡切碎，用30~60℃石油醚溶解后，经过色层柱(下端装活性氧化铝，上端装粗孔硅胶)，用30~60℃石油醚洗涤，滤液收集于烧杯中，蒸去溶剂，在70~75℃烘箱内干燥，称至恒重作标准用。

② 用蒽、菲(保证试剂 G.R.)作芳香烃标准，蒽、菲容易升华，故在事先把蒽、菲在75℃烘箱中烘二小时左右。

③ 非烃标准不但要求纯，而且要能溶于石油醚中，在80℃时没有升华，产生失重现象，因而没有找到。

④ 试剂以及硅胶、氧化铝等处理与族组份操作规程中的要求一致

(二) 操作 步 骤

称各种标准20到30毫克于100毫升具塞锥形瓶中，加入30毫升石油醚，盖紧瓶塞，摇匀后，静置过夜。

上段色层柱(25毫升酸式滴定管)底部垫一小团脱脂棉花，加入处理过的粗孔硅胶5g，用橡皮榔头轻拍柱壁，使硅胶充填结实；下段色层

柱(10毫升酸式滴定管)底部同样垫棉花，加入3克氧化铝，充填结实后，将色层柱上下段按装于柱架上。用石油醚润湿固体吸附剂，柱下端用一250毫升磨口锥形瓶承接。在色层柱上端放一小漏斗，在小漏斗颈部紧塞脱脂棉花，将锥形瓶中溶液倾入小漏斗中，滤去不溶物，滤液流入吸附柱中。漏斗中不溶物用50毫升石油醚，分十次洗涤，洗涤完毕后，取下漏斗。(锥形瓶与小漏斗留作测定不溶物含量)。然后再用50毫升石油醚分十次洗涤。上柱中滤液流至硅胶面时，再加入新的一份洗涤液洗涤下柱也是这样。让滤液流至齐氧化铝水平面时，再打开上柱活塞，让滤液流下，流速调至40~50滴/分。饱和烃用石油醚洗涤完毕后将饱和烃馏份的承接瓶取下，再换一芳香烃承接瓶，用120毫升苯脱附芳香烃，每次用5~6毫升洗涤，洗涤条件如上，洗涤完毕后，芳香烃馏份的承接瓶取下。

将色层柱上下段拆开，分别由乙醇苯(1:1)冲洗脱附非烃，滤液用同一250毫升锥形瓶承接，上段色层柱试剂用量约60毫升，下段柱约用试剂20毫升，然后再各用20毫升乙醇冲洗。

取各馏份的承接瓶，蒸馏除去溶剂，浓缩饱和烃馏份时，水溶温度不宜超过80℃，待浓缩至2~3毫升左右时，取下锥形瓶用氯仿洗涤过滤移入已恒重的25毫升烧杯中，在低温下蒸干。饱和烃在烘箱60℃干燥，芳香烃、非烃在烘箱80℃内干燥称至恒重。

称样的锥形瓶中不溶物用氯仿溶解，经过承有不溶物漏斗转移于已恒重的小烧杯中，用氯仿多次洗涤，蒸去溶剂，在70~75℃烘箱内干

燥，秤至恒重。

(三) 試驗結果

1. 用粗孔硅胶和活性氧化铝作吸附剂,以

双层色层法测定。饱和烃标准为切片石蜡、芳香烃标准用葱、表中 a), 除用正戊烷代替石油醚外, 其他均按以上步骤操作, b), 完全按操作步骤, 测得结果如下

表 1

加入标准物量毫克数		在各馏份中回收量 (毫克)				总回收率
		饱和烃(毫克)	芳香烃(毫克)	非 烃 (毫克)	不 溶 部 分	
a 用正戊烷 溶解洗涤 饱和烃	切片石蜡 19.3 mg	19.65	0	0	0	101.81%
	20.9 mg	20.8	0	0	0	99.52%
	葱 20.1 mg	11.6	5.40	0.95	0.30	90.73%
	26.2 mg	14.8	8.80	0.70	0.25	93.72%
b 用石油醚 溶解洗涤 饱和烃	葱 23.8 mg	16.05	6.40	0.50	0.2	96.27%
	22.8 mg	16.55	5.20	0.75	0.0	98.67%

从以上回收情况看来,葱总回收率都偏低。而更重要问题在于无论用正戊烷或石油醚溶解洗涤,葱在饱和烃中留下56%到72%。在芳香烃中留下22%到33%。这些数据说明利用粗孔硅胶和氧化铝两种吸附剂时,对标准芳香烃一葱吸附性能不够强,因此绝大部分葱被石油醚及正戊烷所脱附。总回收率低的原因在于回收试剂时,水浴温度过高(超过90℃以上),葱挥发而损失掉一部分。

2. 从族组份试验工作过程中,了解到氧化铝对非烃吸附力强,能使饱和烃与轻芳香烃分离较好,因此下柱氧化铝仍应采用。而上层色层柱吸附剂改用活性炭或细孔硅胶。从分析结果看出,活性炭对芳香烃吸附能力太强,用苯淋洗芳香烃时难脱附,葱之回收率在10%~33%左右。但上层用5克细孔硅胶时,淋洗饱和烃用石油醚溶剂,结果较为满意。

表 2

加入葱之毫克数	在各馏份中回收量 (毫克数)				总回收率
	饱 和 烃	芳 香 烃	非 烃	不 溶 部 分	
23.9 mg	0	19.55	0	0	81.80%
30.6 mg	0.05	26.15	0.15	0	86.11%
24.9 mg	0.05	19.45	0.05	0	78.51%

从上表结果中看出用细孔硅胶代替粗孔硅胶后,葱基本上在芳香烃中,总回收率偏低原因是由于回收各馏份中剂时,水浴温度过高原因所致,所以决定用细孔硅胶和氧化铝两种吸

附剂。

3. 用细孔硅胶及氧化铝吸附剂,切片石蜡及葱以不同比例混合后的回收情况。

表 3

标准样品	加入量 (毫克数)	回收量(毫克数)			
		饱和烃	芳香烃	非 烃	不 溶 物
切片石蜡	11.9	12.05	0.4	0.45	0.1
切片石蜡	10.4	10.6	0.3	—	0.2
切片石蜡 葱	6.8 12.9	7.4	12.1	0.6	0.1
切片石蜡 葱	10.2 17.9	10.4	16.75	0.5	0.1
切片石蜡 葱	14.8 2.9	15.0	2.9	0.55	0.1
切片石蜡 葱	11.7 12.1	11.85	10.9	0.8	0.05

从以上结果来看,回收情况较好。但由于操作步骤较多,时间长又是用的重量法。因此结果稍有偏高现象。从数据看出,用活性氧化铝及细孔硅胶作吸附剂,切片石蜡与葱能分离完全,故以后族组份测定应采用细孔硅胶及氧

化铝作吸附剂以菲作芳香烃标准又做了一些试验(因其太易升华失重,故数值未附上);

4. 不同地区样品用粗孔硅胶、氧化铝与细孔硅胶、氧化铝为吸附剂测得族组份分析结果比较如下:

表 4

样 号	族 组 份 % 含 量				备 注	
	饱和烃	芳香烃	非 烃 (差减法)	沥青质		
1	6号	68.33	13.35	16.74	1.58	双柱测定: 上柱: 5g 细孔硅胶 下柱: 3g 氧化铝
2		69.07	13.02	16.98	0.93	单柱测定: 上装: 5g 粗孔硅胶 下装: 5g 氧化铝
3	53号	50.78	14.97	28.80	5.45	同 1
4		50.35	13.77	29.26	6.62	同 2
5	26号	19.43	7.09	59.80	13.68	双柱测定: 上柱: 5g 粗孔硅胶 下柱: 3g 氧化铝
6		19.57	8.12	58.81	13.50	双柱测定: 上柱: 5g 细孔硅胶 下柱: 3g 氧化铝
7	标准	59.61	13.64	20.02	6.73	单柱测定: 上装: 5g 粗孔硅胶 下装: 5g 氧化铝
8		59.81	13.59	19.80	6.80	单柱测定: 上装: 5g 细孔硅胶 下装: 5g 氧化铝

从以上数据看出,无论用粗孔硅胶、氧化铝或用细孔硅胶氧化铝为吸附剂测出族组份百分含量基本上一致,可以推测样品中的芳香烃比葱结构更为复杂,而被粗孔硅胶所吸附。但为了保证样品中饱和烃和芳香烃分离完全。应采用细孔硅胶和活性氧化铝作吸附剂。由于细孔硅胶吸附力强,非烃难以脱附,故用差减法算

出结果。用双柱及单柱测得结果完全一致。

(四) 结 论

在沥青族组份分析中,采用细孔硅胶和活性氧化铝为吸附剂的单柱双层色层法,可以将饱和烃与芳烃分离清楚。