

原油和沥青族组份的离心薄板层析分离法

王紫葵

(地质矿产部石油地质中心实验室)

作者针对原油和沥青族组份柱层析分离中存在的问题,采用离心薄板层析法,借助离心作用使样品得到很好分离。实验证明,该方法具有切割点清晰直观、分离效果好等优点,特别是芳烃的分段切割,色环相当清晰。

原油和沥青族组份的分离,目前在国内多采用经典的柱层析法。柱层析法没有检测装置,因而很难准确地判定切割点,直接影响分离质量。同时该方法是在全敞开的条件下进行,对工作环境污染严重。本文讨论的离心薄板层析法,将样品引入以750r/min速率旋转的圆形薄板,选用不同萃取剂,借助离心作用使样品得到较好的分离。另外,仪器上配有荧光装置,可直观分离状况,准确地选取切割点,使分离效果得到提高。而且该工作是在半封闭状况下进行的,工作环境也有所改善。

一、实验部分

1. 仪器与工作原理

本实验所用仪器是LBC—1型离心薄层层析仪。工作原理和柱层析法基本相同,唯一区别,就是柱层析法采用直立的柱子,靠其重力作用使样品下流逐步分离,离心薄层层析法则靠离心作用使样品外甩而分离。显然后者的离心力大于前者的重力,分离效果好于前者。

2. 试剂

硅胶G(AR,薄层层析用)、硫酸钙(AR)、二氯甲烷(AR)、三氯甲烷(AR)、正己烷(AR)、无水乙醇(AR)、石油醚(AR)。

所用液体试剂都重蒸到无紫外吸收。

3. 薄板的制备

用粗天平称取30g硅胶,加入1.5g硫酸钙,放在大口容器内,用玻璃棒搅匀后加入75ml蒸馏水,再充分搅拌到均匀的糊状。

将糊状物倒在洗净的玻璃板上,轻轻地敲拍玻璃板,使糊状物均匀地复盖整个玻璃板,并不夹有气泡。然后将玻璃板放在洁净通风处风干,再用刮刀将干板刮至一定厚

度(1mm厚),要求刮得光滑均匀,刮好后用电吹风将粉末吹净,放干燥器备用。使用之前将制好的板放在140℃温度中活化二小时,取出放干燥器中冷却。

4. 样品的处理和分离

全部实验在通风橱中进行,温度在15℃—25℃之间。

取20—60mg样品,按柱层析法的步骤制得沥青质和蒸干的滤液。

将活化过的薄板装在仪器的底盘上,打开盘旋开关,使薄板以750r/min的速率旋转,用泵加入一定量的石油醚润湿薄板,并用小烧杯接取流出液。接着将样品吸到薄板上,打开荧光灯,采用少量多次的方法加入正己烷冲洗饱和烃,换杯接取饱和烃。饱和烃在板上显示乳白色,该色环在饱和烃少的情况下虽不太明显,但后部的芳烃色环明显,可采用后部的芳烃色环作为芳烃和饱和烃的界限,换杯。换用2:1的二氯甲烷-正己烷冲洗芳烃到发光环结束(用苯冲洗芳烃效果更好,只是毒性大些)。亮环和暗环为芳烃和非烃的界限。

如果要将芳烃切割成三段,可用5:95的二氯甲烷:正己烷收取芳烃的紫环;15:85的二氯甲烷:正己烷收取芳烃的蓝灰环;2:1的二氯甲烷:正己烷收取芳烃的蓝环。

最后的非烃,可先用酒精,再用氯仿冲洗到流出液无色为止。

二、结果和讨论

1. 结果

采用上述方法作分离后,对饱和烃馏份、芳烃馏份和芳烃三段馏份分别作色谱鉴定,鉴定结果见图1至图5。

从图1饱和烃色谱图和图2芳烃色谱图可看出,该方法所分得的饱和烃和芳烃馏份纯度较高。图3、图4和图5说明用该方法把芳烃切割成三段也是可行的。

2. 讨论

(1)采用离心薄板层析法进行族组份分离具有分离效果好、切割点比较直观和工作环境较好等优点,尤其对于芳烃的分离更为方便,几个色环相当清晰。另外经过分离后的薄板比柱层析分离后的柱子干净得多,说明吸附剂上所留的样品少,样品回收率高。

(2)该方法制板比较麻烦,若能用耐高温玻璃代替普通玻璃制板,经高温灼烧后还能反复使用的话,工作量可大大减少。

(3)LBC—1型离心薄层仪上装薄板的转盘是塑料制品,对样品有一定的吸附作用,影响分离。可在样品流动槽中安一圈细铁丝,并加快流量以消除吸附作用。

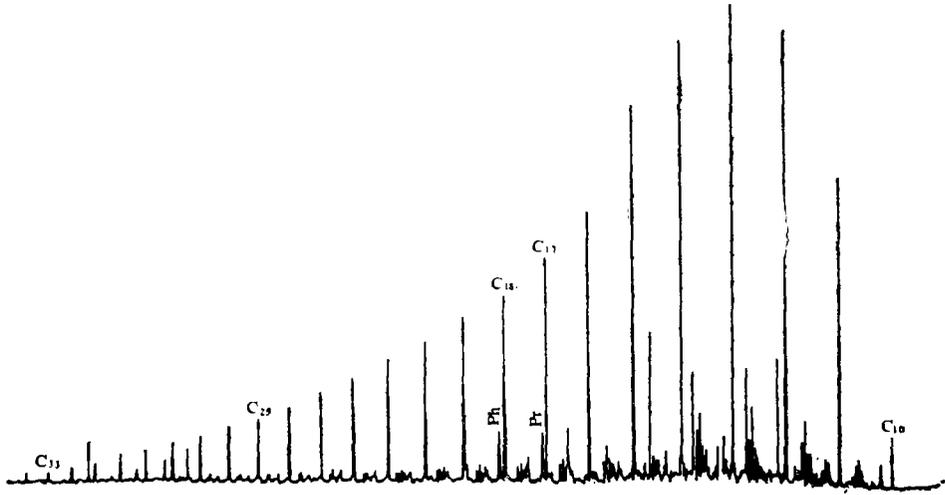


图 1 饱和烃色谱图

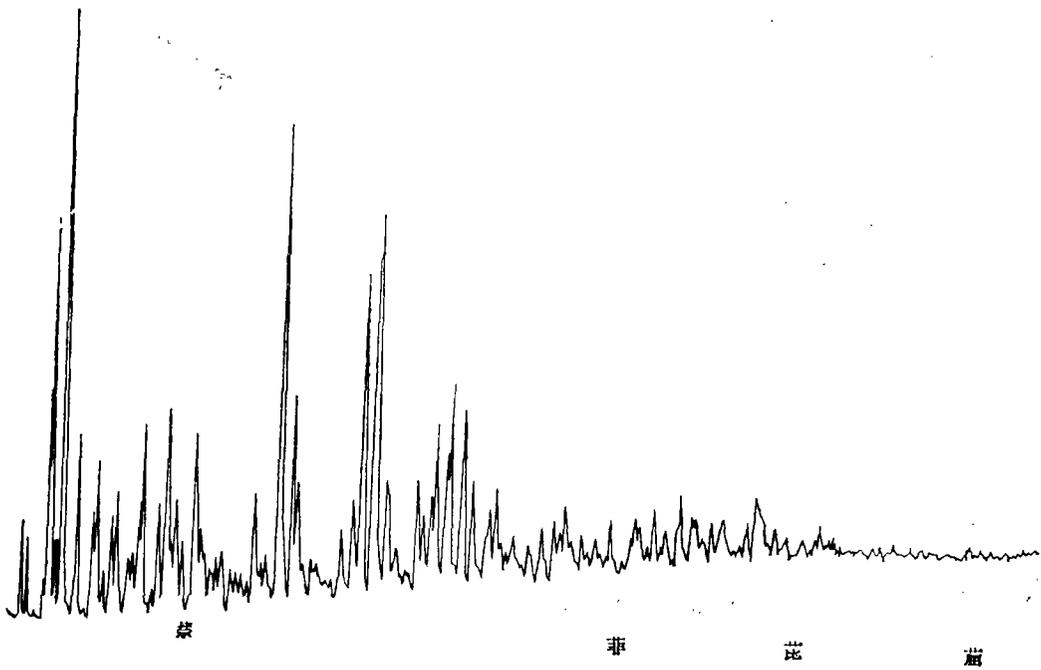


图 2 芳烃色谱图

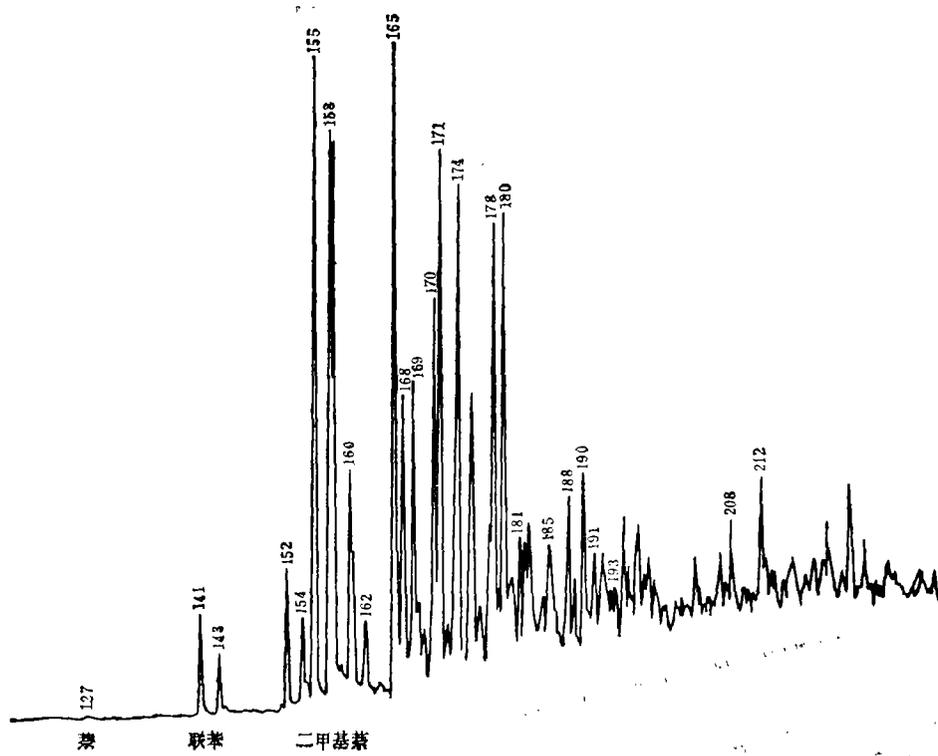


图 3 单、二环芳烃色谱图

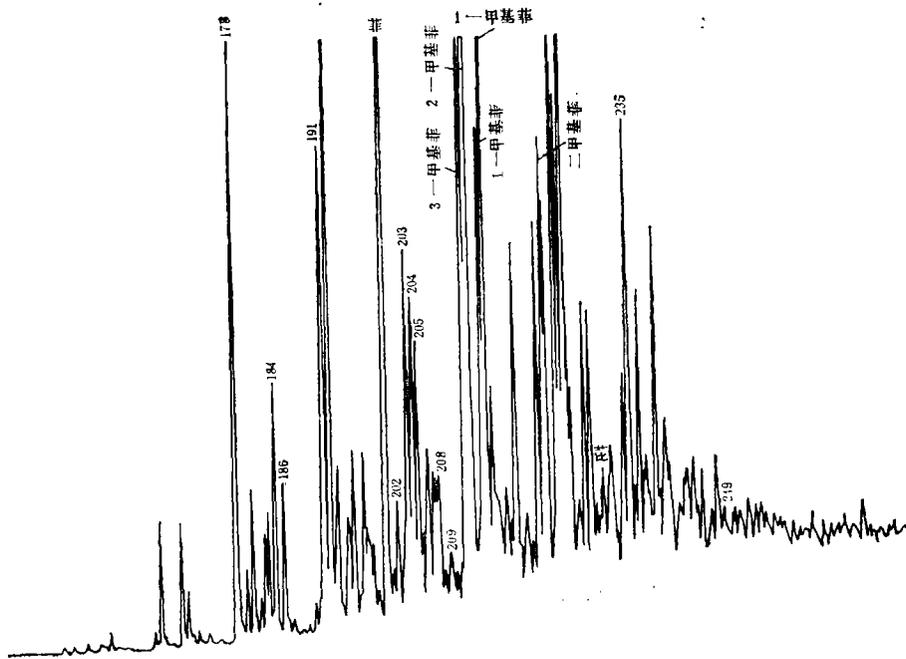


图 4 三环芳烃色谱图

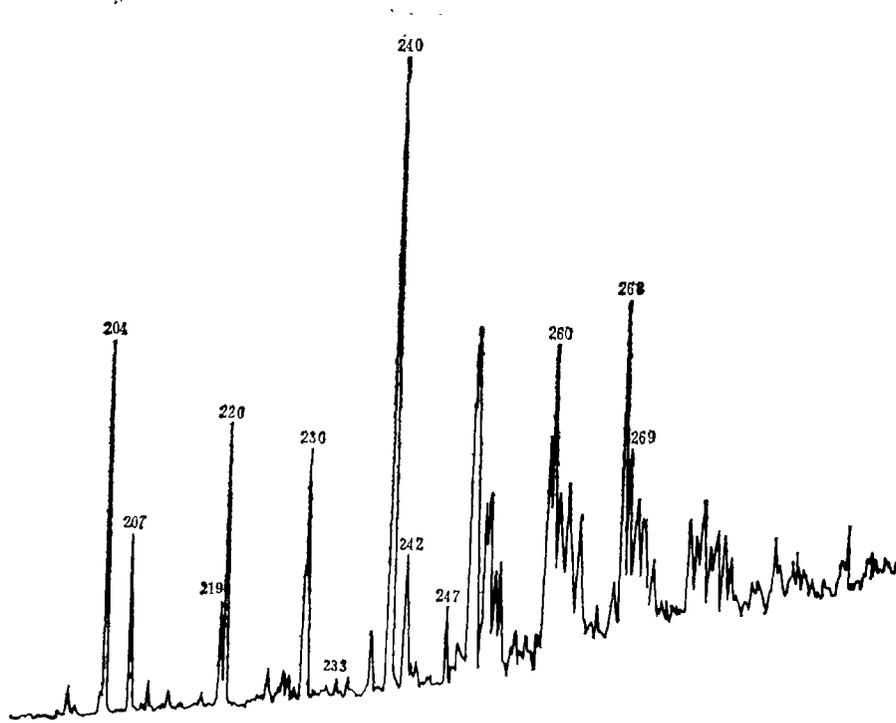


图 5 多环芳烃色谱图

参 考 文 献

- [1] 王树彦等, 1986, 洗提色谱法对煤液化产物的族组份分离, 色谱, 第3期,
- [2] R.J.Evans et al, 1983, High temperature simulation of Petroleum formation—I. The Pyrolysis of Green River shale, Organic Geochemical, Vol.4, No.3/4, P135—144.

CENTRIFUGAL THIN LAYER CHROMATOGRAPHY OF GROUP ANALYSIS OF CRUDE OILS AND EXTRACTS

Wang Zikui

(Central Laboratory of Petroleum Geology,
Ministry of Geology and Mineral Resources)

Abstract

In view of the present problems existing in column chromatography of the group analysis of crude oils and extracts, the author applied centrifugal thin layer chromatography. Samples are well separated by centrifugalization. It is proved that this method has several advantages, such as clear and visible cutting points, good separating effects, etc. Furthermore, because of sectional cutting of aromatic hydrocarbons, chromatic circles are quite clear.