

尿素络合纸层析法 分离支链—环烷烃和正烷烃

范善发 史继杨 洪紫青 吕国英

(中国科学院地球化学研究所)

正烷烃和支链-环烷烃的分离,一般采用5埃分子筛吸附法和尿素络合法。5埃分子筛吸附法能把正烷烃比较完全地吸附,但操作麻烦,时间较长,仅回流就需要半天至一天的时间;尿素络合法是尿素在活化剂——甲醇存在的情况下,与正烷烃及其衍生物络合,虽络合时操作简便,但络合后的分离很费时,且不能将正烷烃和支链-环烷烃截然分开。

徐芬芳(1983)采用尿素层析法成功地把支链-环烷烃和正烷烃分离,同时实现了微量或半微量操作。但由于该方法用尿素水溶液浸泡层析纸,烘干后点样,在甲醇气氛中保持24小时,因此,操作亦很费时,且分离的支链-环烷烃馏份含有尿素。作者根据尿素络合的原理,对该方法作了进一步改进,现简述如下。

一、实验方法

1. 试剂

尿素甲醇饱和溶液(分析纯);

正己烷(用分析纯重蒸);

二氯甲烷(用分析纯重蒸);

新华NO.1层析纸($16 \times 20\text{cm}^2$),用正己烷净化,室温干燥备用。

2. 操作步骤

取小于15毫克泥岩抽提物的烷烃馏份或原油的烷烃馏份,用0.5毫升二氯甲烷溶解。

尿素甲醇饱和溶液直接涂布在层析纸上,涂至距底边2.5厘米,涂层宽为6厘米左右。涂布后,随即点数排样品于尿素甲醇面上(不要重复),待呈现白色尿素络合物,盖上一层甲醇或尿素甲醇溶液。然后,把层析纸放于通气橱内,室温吹干(半小时左右),再在 25°C 烘干(数分钟)除去甲醇并使络合物稳定。用正己烷将样品展开(前沿超过尿素甲醇的涂布面)。

在紫外光(3650埃)下,前沿附近的淡紫色带为支链-环烷烃馏份,留在点样原地的

正烷烃尿素络合物无荧光。剪下支链-环烷烃的那部分层析纸,用二氯甲烷浸提三次,收集浸提液,除去二氯甲烷,即获得支链-环烷烃馏份;正烷烃尿素络合物可用热水水解,获得正烷烃馏份。

两种馏份均做气相色谱分析。仪器为GC—7AG气相色谱仪,条件为OV—101弹性毛细管柱(12m×0.26mm),程序升温4°C/分,100—290°C,290°C恒温16分钟。

二、结果与讨论

1.从图1、2可以看出,尿素络合了大部分的正烷烃,支链-环烷烃馏份中仅有少量的正烷烃未分离出去。为了比较分离效果,以姥鲛烷的色谱峰为标准,求得正烷烃各组份的相对含量,以图3表示支链-环烷烃馏份中残留的正烷烃各组份分别占络合前正烷烃各组份的相对百分数。由图3可见,支链-环烷烃和正烷烃分离较好,90%以上的正烷烃都被尿素络合。有一点必须说明,图上表示的残留正烷烃中包含了保留时间相同的支链-环烷烃,实际上尿素络合的程度要比图3所表示的要高一些。

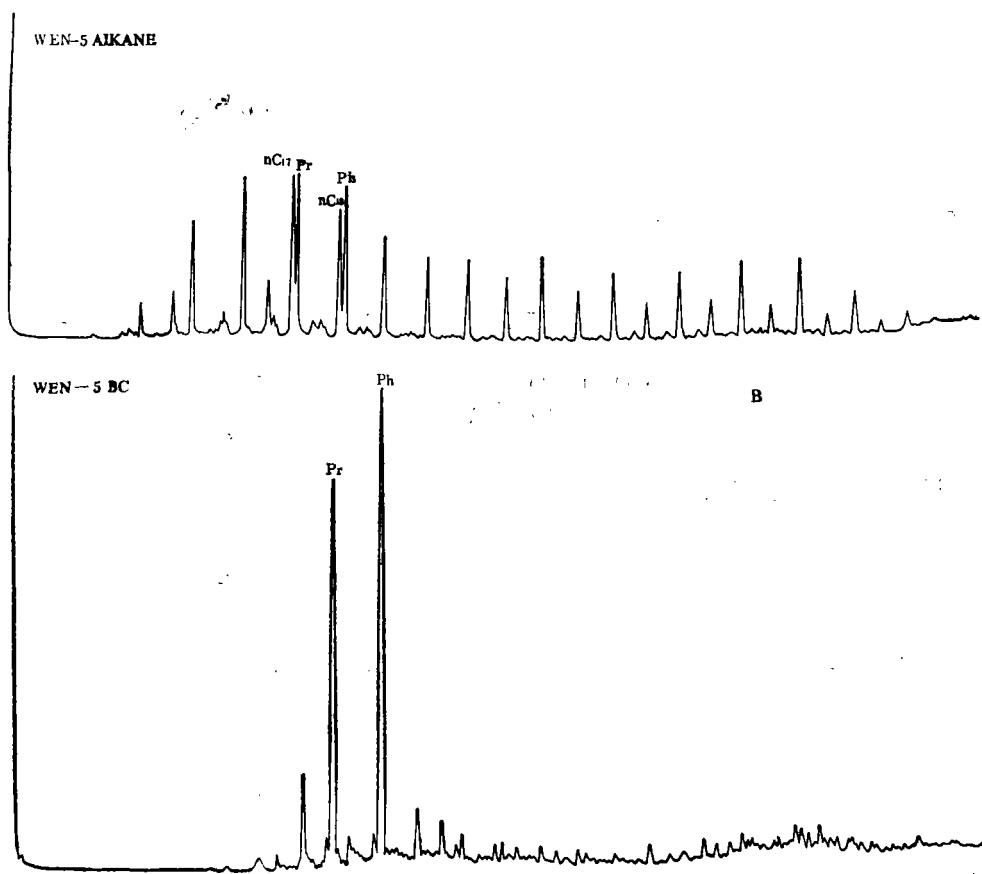


图 1 泥岩烷烃气相色谱图

A 烷烃馏份 B 支链-环烷烃馏份

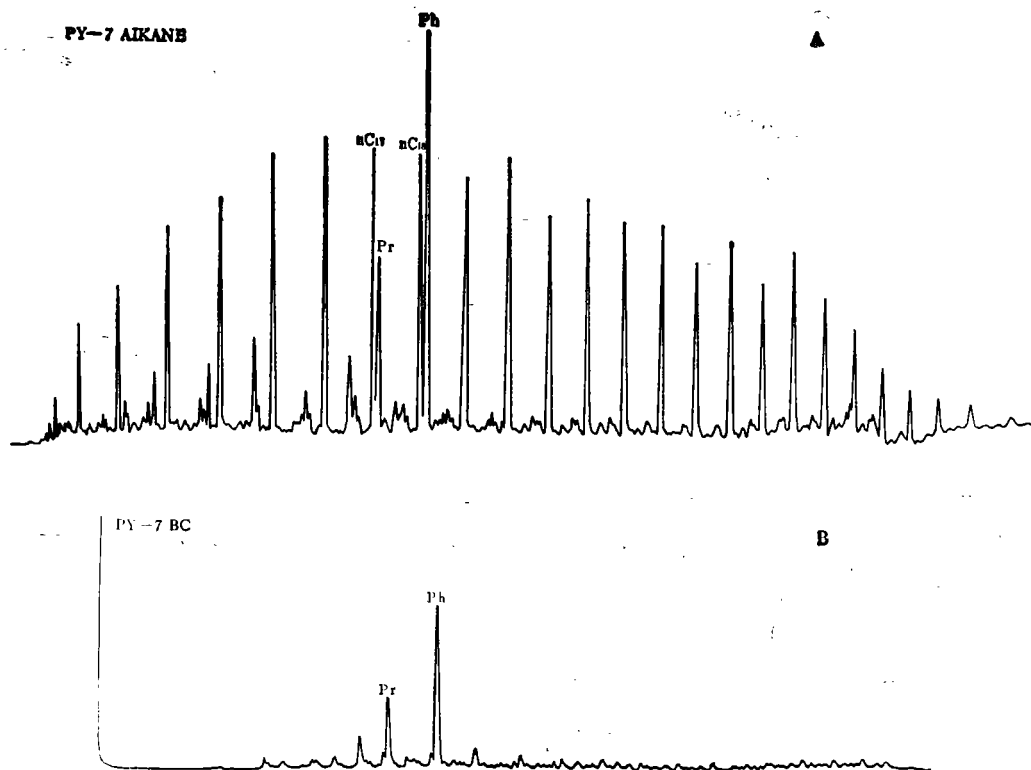


图 2 原油烷烃气相色谱图
A 烷烃馏份 B 支链—环烷烃馏份

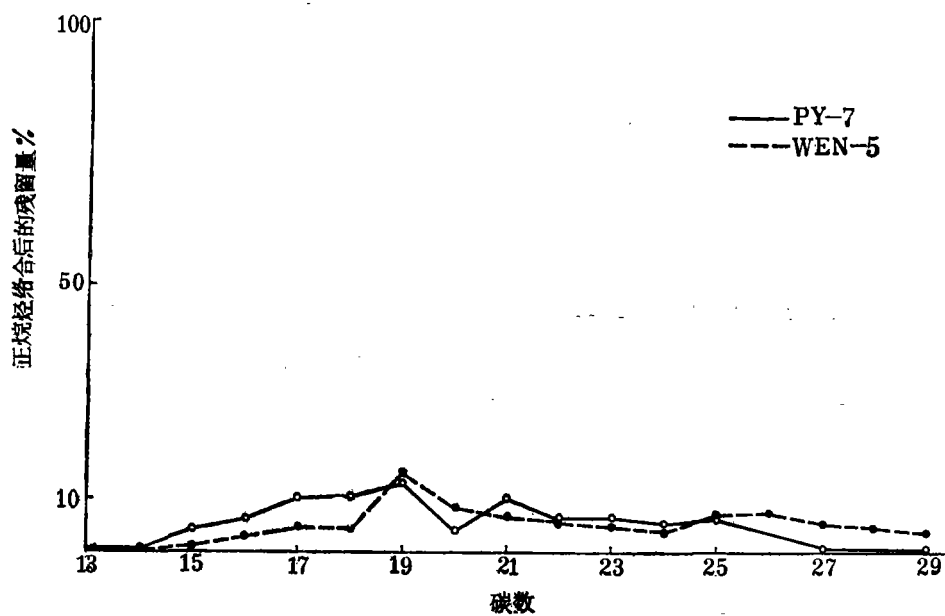


图 3 层析纸上尿素络合后正烷烃的残留量

2. 与一般尿素络合法相同, 在层析纸上尿素络合正烷烃的稳定性, 也随碳链的增加而增加。图3表明, C_{22} 以上正烷烃的络合程度要比 C_{16} — C_{21} 正烷烃的络合程度略高一些。

3. 由于支链-环烷烃的展开至未涂尿素的层析纸部分, 获得的支链-环烷烃馏份不含尿素, 比原方法得到的支链-环烷烃馏份的纯度大大提高。

4. 与原方法对比, 大大简化了操作手续, 2小时即可完成一个全分析流程。

5. 本方法络合温度以 $15-25^{\circ}\text{C}$ 为宜, 室温低于 10°C , 络合效果将大大降低。另外, 涂布及点样必须在通风橱进步。

栗能先同志协助了样品的气相色谱分析, 谨表谢忱。

(收稿日期: 1984年5月8日)

参考文献

- [1] 中国科学院地球化学研究所有机地球化学与沉积学研究室, 有机地球化学, 科学出版社, 1982年。
- [2] 史继扬等, 胜利油田原油和生油岩中的生物标志化合物及其应用, 地球化学, 1982年第一期。
- [3] B.R.T. Simoneit et al, 1981, *Geochim Cosmochim Acta*, Vol. 45, P. 1581—1602.

SEPERATING BRANCHED NAPHTHENES AND N-ALKANE BY PAPER CHROMATOGRAPHY OF UREA COMPLEXATION

Fan Shanfa

Shi Jiyang

Hong Ziqing

Lu Guoying

(Institute of Geochemistry, Academia Sinica)

Abstract

Paper chromatography of urea complexation is used to sepearate chained-naphtene and n-alkane, which improved the method of 5 Å molecular sieve adsorption and simplified the complicated process of urea complexation.

Based on the principle of urea complexing n-alkane, saturated solution of urea formaldehyde is directly spreaded on chromatographic paper with quick spatting. As a result, alkane and urea in the sample are complexed rapidly. Then n-alkane is seperated from alkyl component by drying and developing. Through experiments, it is proved that the method is easy in practice, and very effective.