



Simulierte Destillation – Beispiele aus der Praxis

Dr. rer. nat. Ulrike Schümann

GC-FID

Chromatographische
Bedingungen:

Bestimmung der Siedebereichsverteilung in Petroleumfraktionen nach ASTM 2887

Säule: TB1 (100 % Dimethylpolysiloxan)

30m x 0,32mm ID x 0,25µm Filmdicke

Trärgas: Helium

Flussrate: 2,5ml/min

Injektor: Split 20ml/min

Detektor: FID

Injektionsvolumen: 1µl

Standard: KW-Mix C10 bis C38

Deutscher Normentwurf: E DIN 51435

Simulierte Destillation (SIM DIST) mittels GC

- **Ziel:** Charakterisierung der Siedepunktverteilungen von Erdölfraktionen mit weitem Siedebereich
- **Prinzip:** GC wird als Mikrodestillationsapparat genutzt, Kohlenwasserstoffe eluieren auf unpolaren Säulen entsprechend ihrer Siedepunkte, die Massenanteile der verdampften Probe in % sind identisch mit den entsprechenden Flächenanteilen des Chromatogramms
- **Maximale Arbeitstemperatur:** 380 bis 400°C (HT-Säulen - Kapillaren aus Edelstahl mit spezieller Beschichtung - erlauben die Elution von Komponenten die Siedetemperaturen von max. 600°C aufweisen
- **Vorteile:** kleine Probenmengen, deutlich geringerer Zeit und Kostenaufwand als bei physikalischer Destillation

Sampler:

Injektionsvol.: 1 μ L

Proben:

KW-Mix C10 bis C38 und Biodiesel der 2ten Generation
Lösungen in Hexan

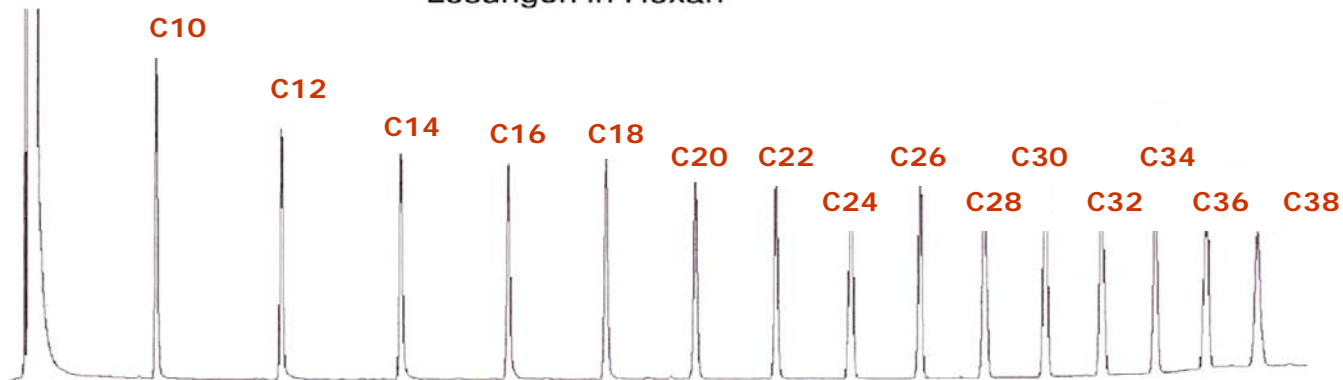


Abb. 1: KW-Mix C10 bis C38

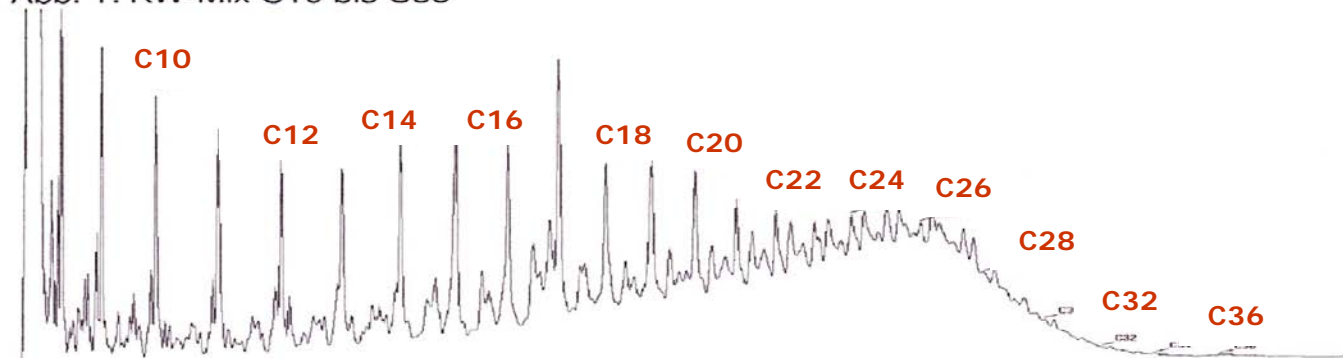
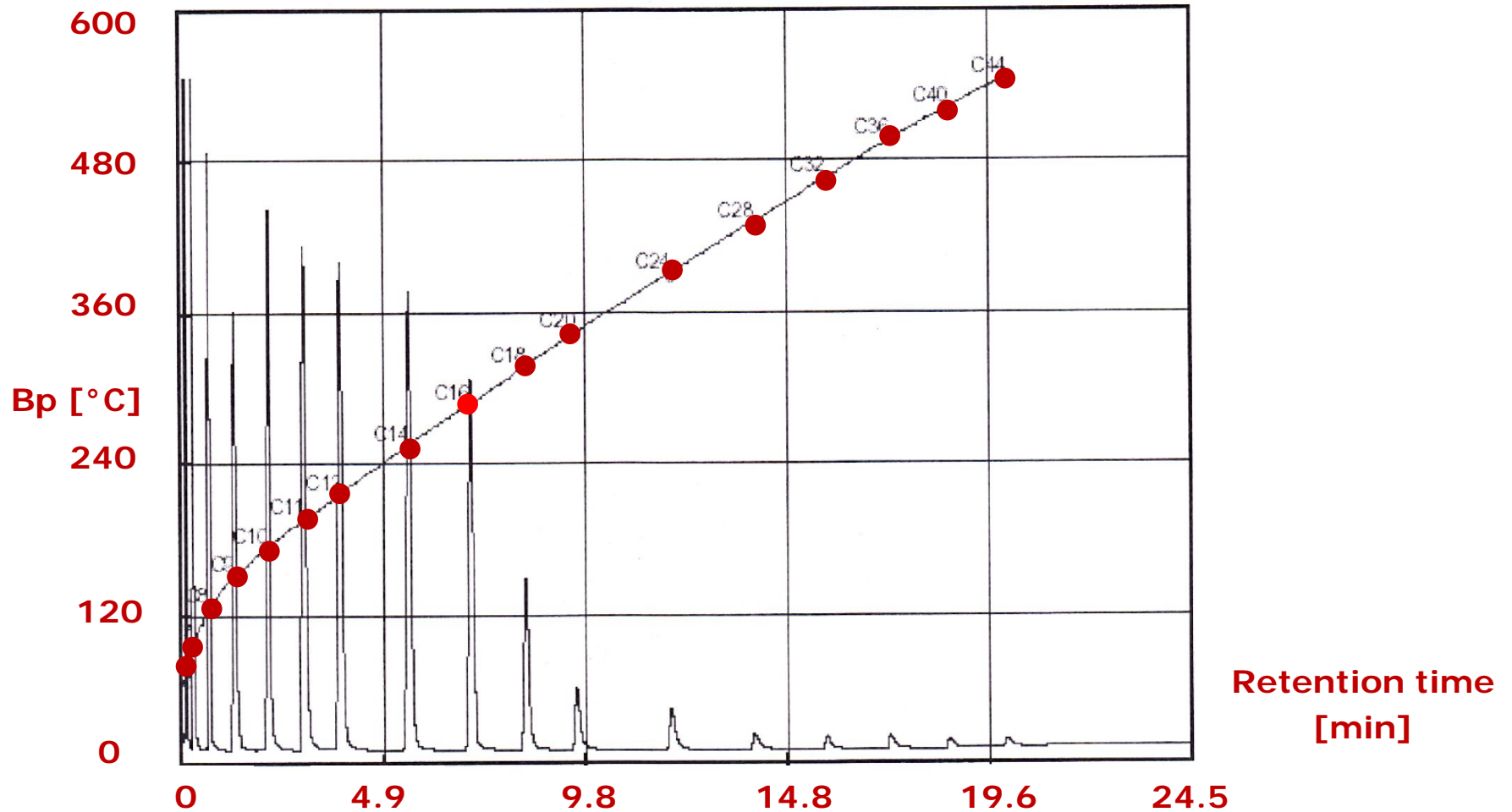


Abb. 2: Biodiesel der 2ten Generation (BtL)

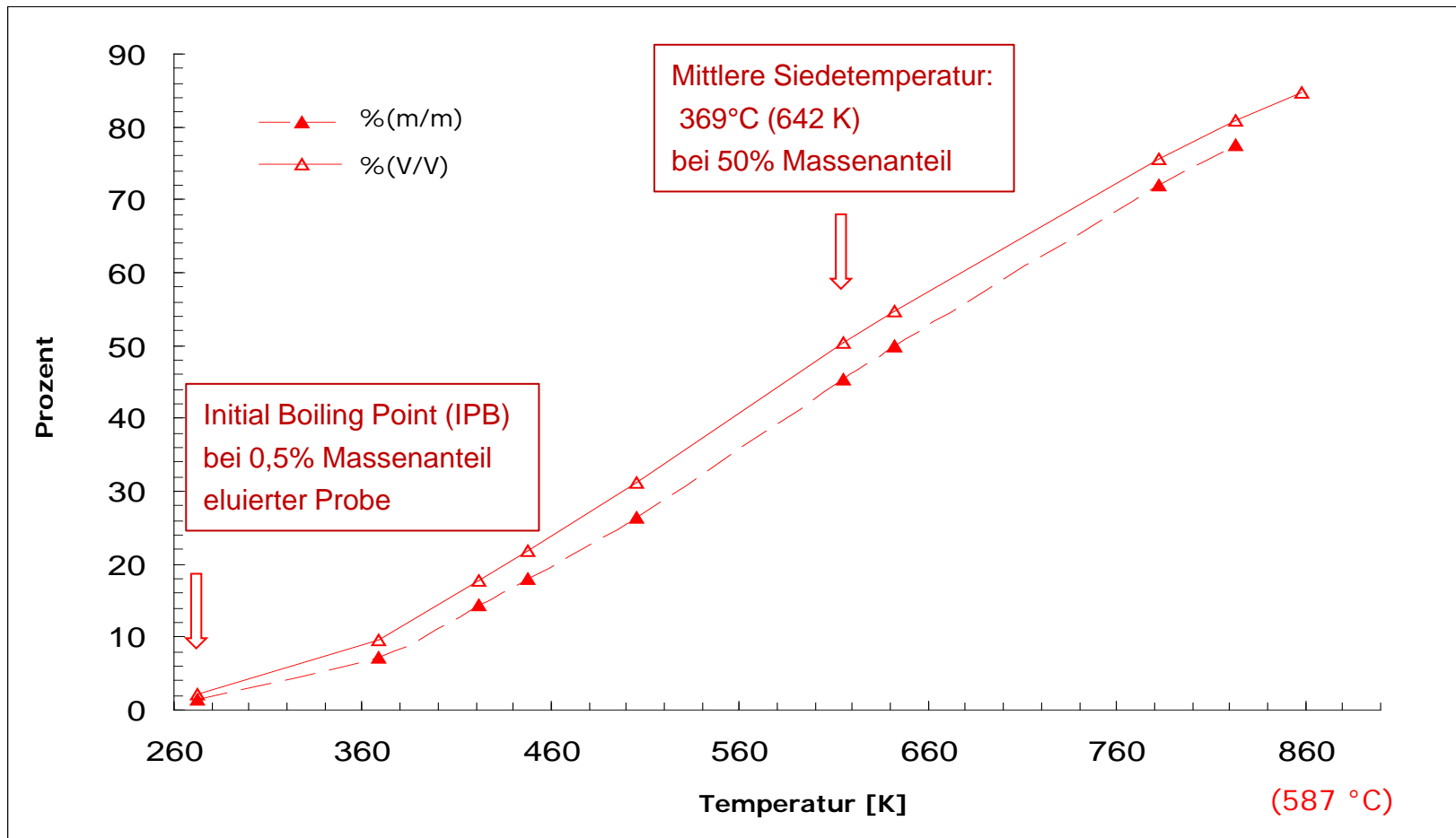
Application GC #37, Thermo Fisher

Retention Time	Component	Boiling Point (°C)
0.160	C ₆	69°
0.308	C ₇	98°
0.665	C ₈	126°
1.285	C ₉	151°
2.112	C ₁₀	174°
2.990	C ₁₁	196°
3.860	C ₁₂	216°
5.508	C ₁₄	254°
7.003	C ₁₆	287°
8.343	C ₁₈	316°
9.578	C ₂₀	344°
11.860	C ₂₄	391°
13.868	C ₂₈	431°
15.608	C ₃₂	466°
17.167	C ₃₆	492
18.610	C ₄₀	522°
20.000	C ₄₄	545°

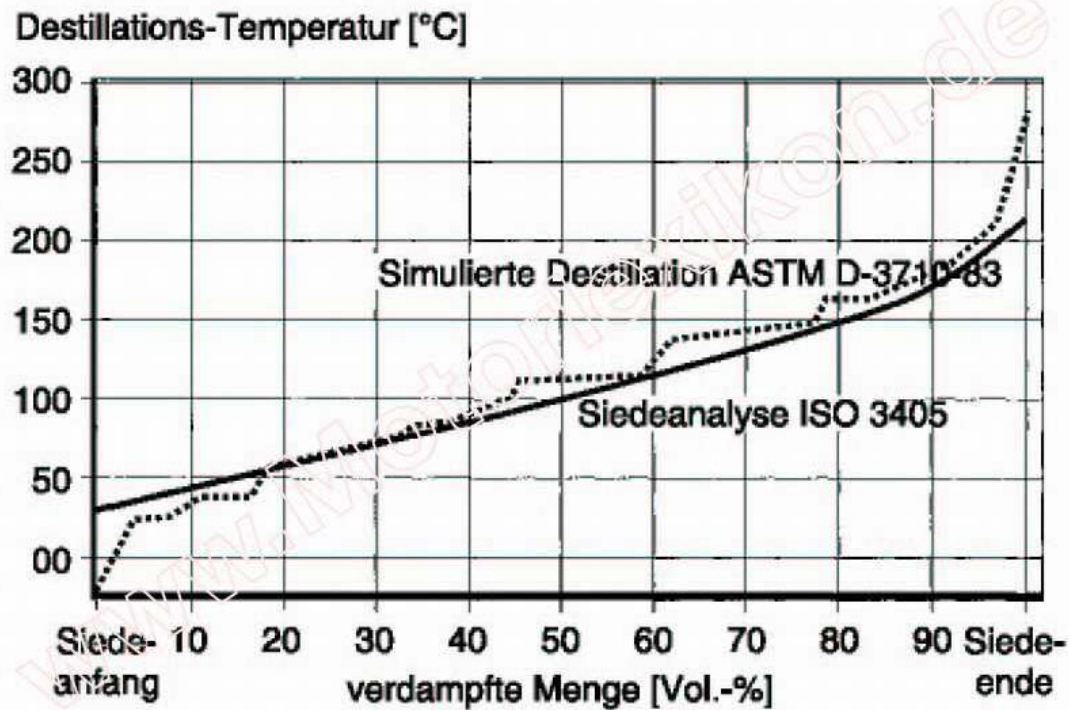
Typische Kalibrierkurve C6 bis C44 KW

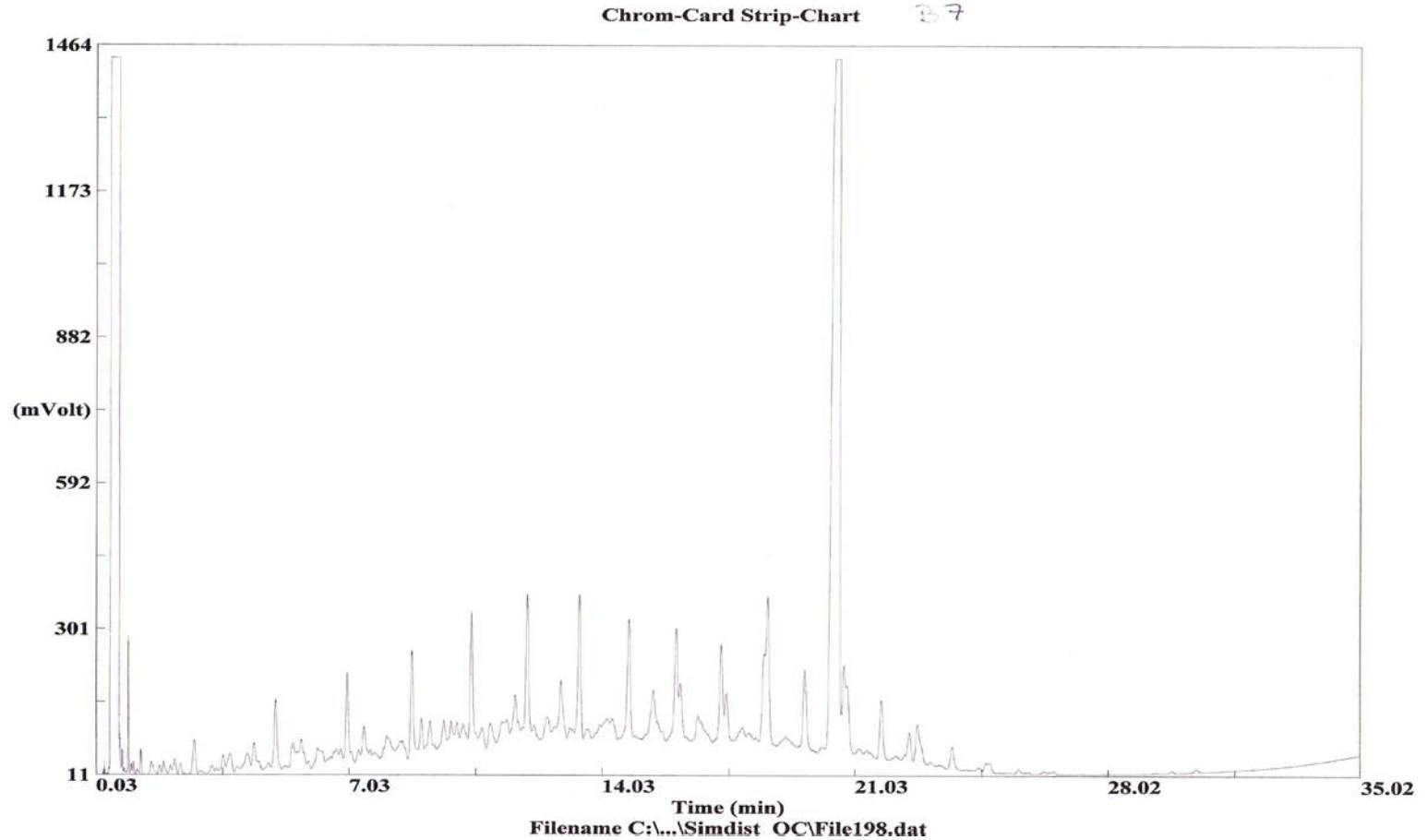


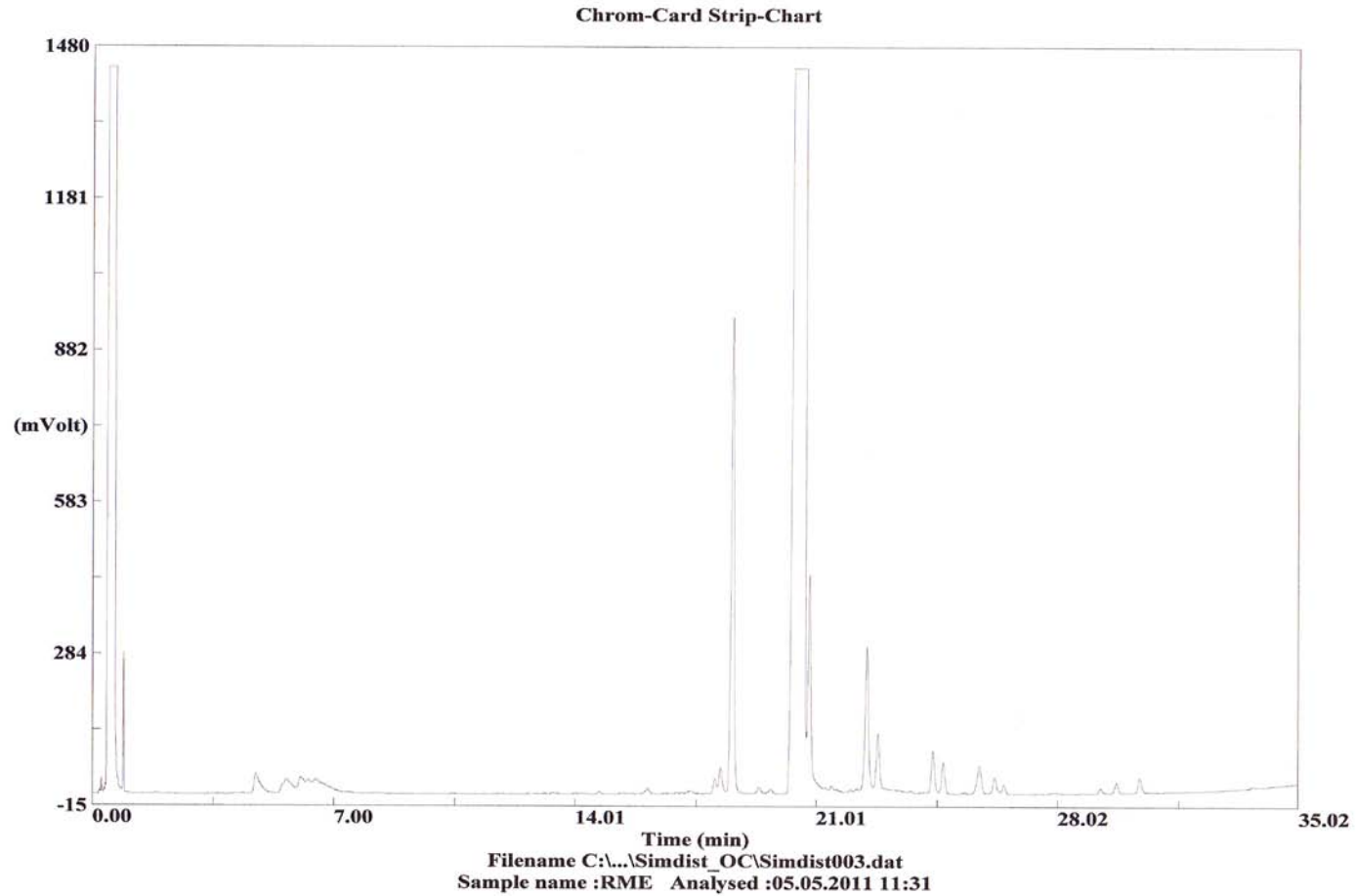
Siedecharakteristik von Rohöl - Typ Russian Export



Methodenvergleich







GC-FID

Bestimmung des Pflanzenölanteils in gebrauchten Motorenölen

Chromatographische
Bedingungen:

Säule: TB1 (100 % Dimethylpolysiloxan)

10m x 0,53mm ID x 0,20µm Filmdicke

Trärgas: Helium

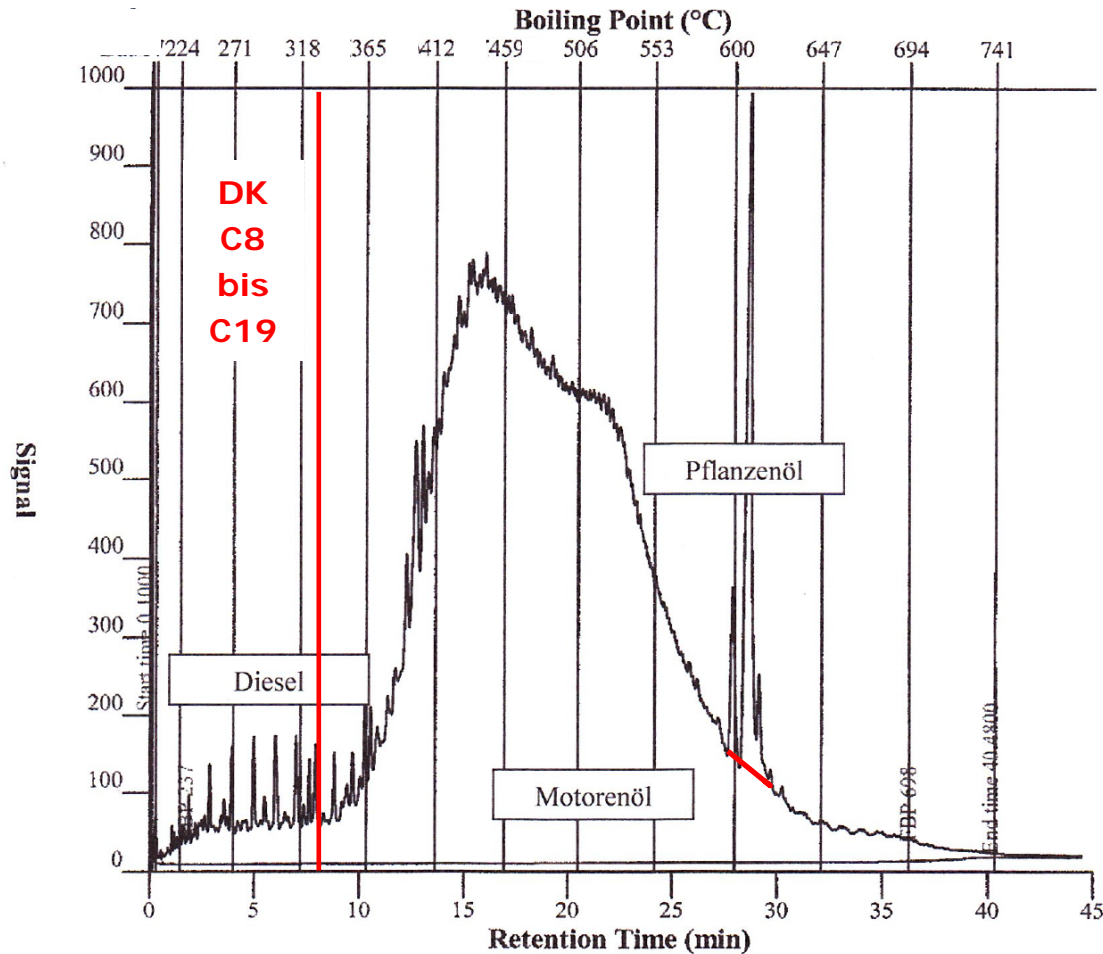
Injektor: on column

Detektor: FID

Injektionsvolumen: 1µl, 2% in Schwefelkohlenstoff

Standard: 5% Rapsöl in frischem Motorenöl

Motorölprobe in Pentan mit Diesel- und Pflanzenölkraftstoffanteilen



Bestimmung des Pflanzenölanteils
in gebrauchten Dieselmotorenölen

Quelle: Joachim Trick, 16.08.2007