

废轮胎热解油中极性物的分析

谷月玲 李水清 严建华
(浙江大学热能工程研究所 杭州 310027)

1 引言

废轮胎热解油中极性物的研究未曾报导, 本文对废轮胎热解油进行切割分离, 对其中的极性物通过 GC-MS, GC-FID 进行定性定量分析, 为评价热解油的品质提供基础数据。

2. 实验

2.1 样品制备 废轮胎 5kg, 投入转速为 4 转/分的外热式回转窑中, 充氮气保护, 在 600 °C 热解温度下, 热裂解制得焦油。称取该焦油 0.02~0.05g, 用 30mL 正己烷溶解过夜。过滤该溶液, 滤渣为沥青质, 滤液用旋转蒸发器浓缩至 1-3mL, 浓缩液上硅胶—氧化铝柱层析。先用 20mL 正己烷溶液作淋洗剂, 分四次淋洗, 得到的洗脱液即为脂肪烃组份。再用 20mL 三氯甲烷与正己烷 (V/V=2:1) 混合溶剂分四次淋洗层析柱, 得到的洗脱液即为芳香烃组份。再先用 10mL 无水乙醇淋洗柱子, 后用 10mL 氯仿淋洗, 即得极性物组份, 洗脱液分别用旋转蒸发器浓缩至 1-3mL, 供 GC-MS、GC-FID 分析。

2.2. GC-MS 分析

2.2.1 仪器名称: Voyager GC-MS 联用仪。

2.2.2 色谱分析条件 wax-10 30m×0.25mm×0.25μm 石英毛细管柱, 汽化器温度 240 °C, 柱温 60°C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 240°C (25min), 分流比 50:1, 载气流量 1mL/min, 载气 He。

2.2.3 质谱分析条件 电离方式 EI, 电子轰击能量 70eV, 扫描质量范围 35-300u, 扫描时间 0.5sec。

2.3 GC-FID 分析

2.3.1 仪器名称: Trace 2000 气相色谱仪

2.3.2 GC 分析条件: wax-10 30m×0.25mm×0.25μm 石英毛细管柱, 汽化器温度 240 °C, 柱温 60°C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 240°C (25min), 分流比 25:1, 载气流量 1mL/min, 载气 He。检测器 FID, H₂: 35mL/min, Air: 350 mL/min, N₂: 50mL/min

3 结果与讨论

根据上述分析条件, 对废轮胎热解油中的极性物进行定性定量分析。定性根据样品质谱图与 NIST 标准谱库对照及保留指明的计算来完成的^[2,3], 定量则依据 GC-FID 的峰面积, 采用峰面积归一化来计算各组分的百分含量。具体结果见表 1。从表 1 中可

知, 主要成分为己内酰胺, 占 44.21%, 而且绝大部分组分为含 N、S 等原子的芳香化合物 (占 70.73%), 这与废轮胎原始材料中含有 N、S 元素有关, 也是废轮胎热解油中极性物组分明显不同于如聚乙燃、生物质热解油中极性物主要组分是含氧化合物之处。

表 1 废轮胎热解油中极性物的分析结果

保留时间	化合物名称	相对百分含量 (%)
13.41	一缩乙二醇	4.30
14.74	己酰胺	0.46
15.22	2,4-二甲基喹啉	3.92
15.67	己内酰胺	44.21
15.91	2-十七酮	3.46
17.10	N,N-二乙基-1-萘胺	0.66
17.31	棕榈腈	5.32
17.73	1-异氰基萘	3.35
17.80	2-十九酮	5.46
17.95	2-甲硫基苯并噻唑	0.81
18.76	邻苯二甲酸二异丁酯	0.54
19.20	N-甲酰苯胺	0.53
19.30	十七腈	8.05
20.00	2-苯基苯并噻唑	0.67
21.55	3,4-二氮杂菲	0.59
22.24	9-亚胺苻	0.66
22.95	9-亚乙基苻	0.55
24.76	2-苯基萘	0.70
25.64	2-苯基苯并噻唑	0.85
30.23	邻苯二甲酸二异辛酯	12.94
31.34	十九酰胺	0.65

Analysis of Polar Substances in Oil Produced by Pyrolysis of Waste Tyre

Gu Yueling, Li Shuiqing, Yan Jianhua