

Agilent 8890 气相色谱仪的高温模拟蒸馏性能

作者

James D. McCurry 博士
安捷伦科技有限公司

摘要

根据 ASTM 方法 D6352 配置 Agilent 8890 气相色谱仪以进行高温模拟蒸馏。本研究还证明了 $n\text{-C}_{12}$ 到 $n\text{-C}_{102}$ 范围内的校准，并使用 ASTM 5010 标准物质验证了性能。通过对 5010 标准物质进行 10 次连续分析，展示了系统的高精密度。此外，最高可进行 $n\text{-C}_{102}$ 的系统校准，使测定最终沸点的性能得到了大大改善。使用减压瓦斯油样品，8890 系统可轻松满足 D6352 对重复分析的重现性要求。

前言

高温模拟蒸馏 (SIMDIS) 是一种气相色谱技术，用于表征中质和重质石油馏分的沸点分布。ASTM 方法 D6352 的适用范围是初始沸点为 174 °C 至最终沸点为 700 °C 的馏分¹。若需要采用该方法获得良好、精确的结果，在操作上可能具有一定挑战。首先，柱温箱温度必须始终以 35 °C/min 相对较快的程序升温速率从 50 °C 升至 400 °C。同时，在整个运行过程中，色谱柱流速必须保持在恒定的 18 mL/min。在运行期间始终维持上述条件对于获得该方法所需的高保留时间精密程度至关重要。另一挑战是在将烃类 ($n\text{-C}_{12}$ 到 $n\text{-C}_{90}$) 转移到分析柱时消除进样口歧视的问题。理想情况下，分离和检测更接近 $n\text{-C}_{100}$ 的烃类可改善整个沸程范围内的收率温度计算。本应用简报介绍了使用 ASTM 方法 D6352 时 8890 气相色谱仪的性能。

仪器配置和操作条件

根据 ASTM D6352 配置 8890 气相色谱仪，如表 1 所示。必须使用金属毛细管色谱柱才能承受柱温箱 400 °C 的上限操作温度。表 2 中所示的操作条件符合 ASTM 方法中规定的操作条件。

表 1. 根据 ASTM D6352 配置的 8890 气相色谱仪

参数	值
进样针	5 μL (部件号 G4513-80206)
进样口	冷柱头 (COC)
毛细管柱	DB-HT-SIMDIS, 5 m \times 0.53 mm, 0.1 μm (部件号 145-1009)
检测器	火焰离子化检测器 (FID)

表 2. ASTM D6352 的操作条件

COC 进样口	
模式	柱温箱跟踪
初始保持时间	0.1 分钟
升温速率	35 °C/min
最终温度	400 °C
色谱柱	
流速	氮气, 18 mL/min, 恒流
初始温度	50 °C
初始保持时间	0.1 分钟
升温速率	35 °C/min
最终温度	400 °C
FID	
温度	450 °C
氢气流速	32 mL/min
空气流速	400 mL/min
尾吹气流速	N_2 , 24 mL/min

标样和样品前处理

通过将约 63 mg Polywax 655 (部件号 5188-5317)、63 mg 安捷伦沸点混标 2 号 (部件号 5080-8768) 和 3 mg 正四十四烷 ($n\text{-C}_{44}$) 溶解在 10 mL 二硫化碳中配制沸点校准标样。该溶液含有 $n\text{-C}_{12}$ 至 $>n\text{-C}_{90}$ 的烃类。添加少量 $n\text{-C}_{44}$ 可使峰归属更容易确定。

将 63 mg 标准物质 5010 溶解在 5 mL 二硫化碳中配制成性能测试样品。将约 63 mg 减压瓦斯油样品溶解在 5 mL 二硫化碳中配制平行样进行分析。运行 10 次性能测试样品以评估系统性能精密度。使用 8890 气相色谱仪分析每个减压瓦斯油平行样以测定重现性。

结果与讨论

图 1 显示了 D6352 校准运行结果。ASTM 方法要求校准温度达到 700 °C，如 n -C₉₀ 的检测所示。然而，重质石油馏分的沸程结果可通过分离和检测更高碳数的链烷烃来改善。图 1 中的内插图色谱图表明，使用 8890 气相色谱仪实现了大于 C₉₀ 的正构烷烃的出色校准性能。

在运行样品前，使用 5010 标准物质验证了系统性能。将 5010 标准物质进样 10 次，并将每次结果与 ASTM 方法中规定的公认值进行比较。图 2 显示了 5010 标准物质 10 次进样的叠加色谱图，图 3 显示了 Agilent SimDis 软件生成的典型工程结果报告。对于 10 次标准物质运行，8890 气相色谱仪实现了出色的保留时间精密度。

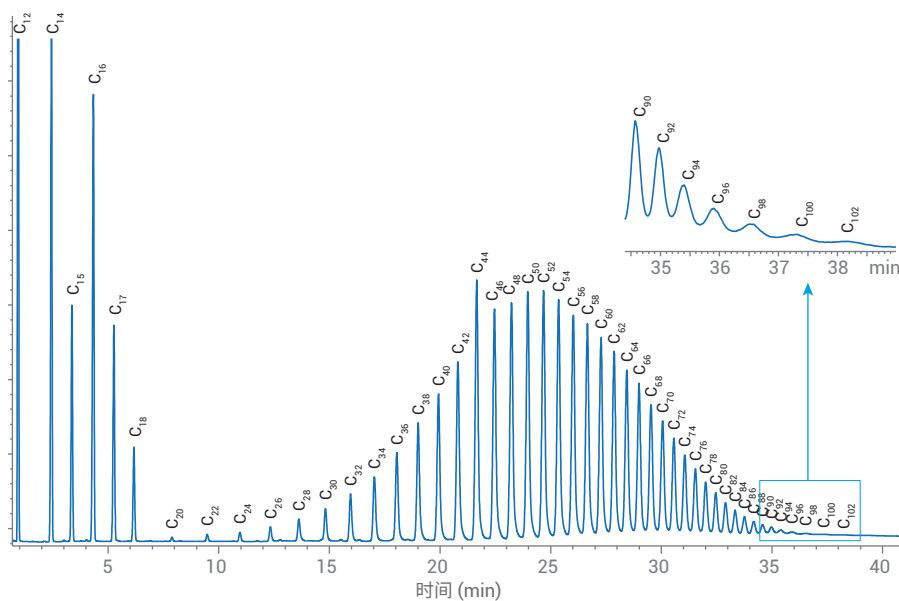


图 1. D6352 校准，显示了 n -C₁₂ 至 n -C₁₀₂ 链烷烃的洗脱情况。内插图显示了大于 n -C₉₀ 的链烷烃检测的详细信息

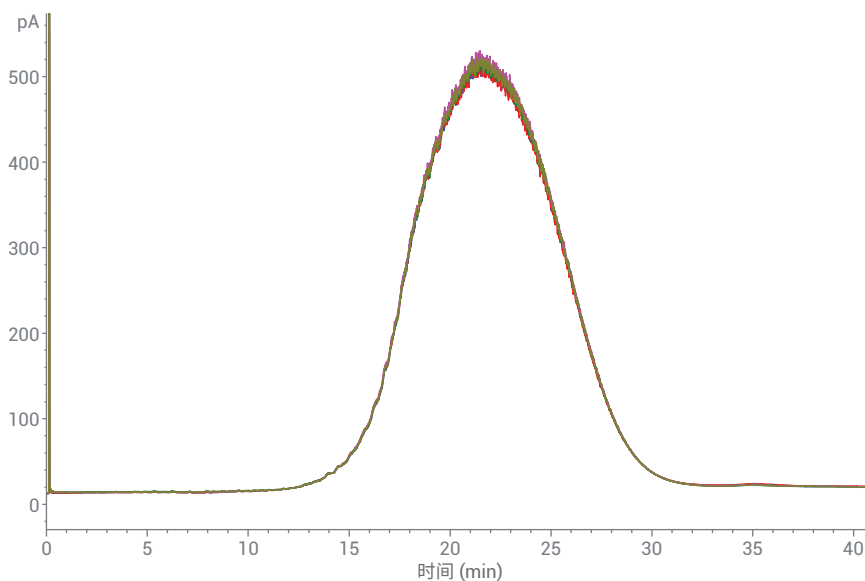


图 2. 5010 标准物质 10 次分析的叠加色谱图

表 3 显示了 5010 标准物质分析的结果，包括精密度以及对 ASTM 要求的符合程度。10 次运行结果证明，每个百分比收率（收率 %）下的计算温度都表现出极高的精密度，这也归功于出色的保留时间精密度，如图 1 所示。不仅如此，每个百分比收率的温度也与 ASTM 公认值十分匹配，并且在允许的温差范围内。另一值得注意的结果是最终沸点 (FBP) 分馏时的计算温度。虽然允许偏差为 18 °C，但表 3 中所示的数据平均偏差仅为 4 °C。该结果可归因于 8890 对碳数大于 C₁₀₀ 的正构烷烃的出色的分离和检测能力。

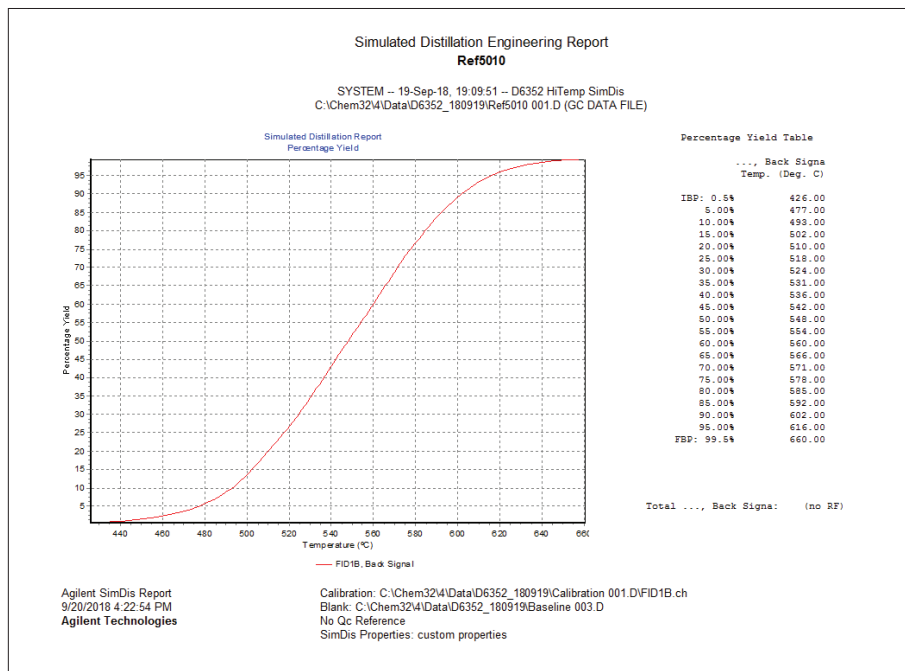


图 3. 5010 标准物质分析的工程报告。报告展示了沸点收率曲线，并列出了每个收率百分比的计算温度

表 3. 5010 标准物质与 ASTM 指标的比较

收率 %	ASTM 值		实际观察值*		
	温度 (°C)	允许偏差 (°C)	平均温度 (°C)	标准偏差 (°C)	平均偏差 (°C)
IBP (0.5)	428	9	427	1.22	1
5	477	3	478	0.45	1
10	493	3	493	0.00	0
15	502	3	503	0.45	1
20	510	3	510	0.55	0
25	518	4	518	0.00	0
30	524	4	525	0.00	1
35	531	4	531	0.00	0
40	537	4	537	0.45	0
45	543	4	542	0.00	1
50	548	5	548	0.00	0
55	554	4	554	0.00	0
60	560	4	560	0.00	0
65	566	4	566	0.00	0
70	572	4	571	0.55	1
75	578	5	578	0.00	0
80	585	4	585	0.00	0
85	593	4	592	0.45	1
90	602	4	602	0.45	0
95	616	4	616	0.45	0
FBP (99.5)	655	18	659	2.74	4

* 标准物质 5010 运行十次

图 4 显示了减压瓦斯油平行样的模拟蒸馏色谱图。与 5010 标准物质一样，减压瓦斯油色谱图表现出了极高的保留时间精密度。表 4 列出了该样品的重现性 (r) 性能。在 ASTM 规定了温度重现性要求的分馏点水平处，样品结果均在要求值范围内。

结论

本研究结果表明，8890 气相色谱系统是运行高温模拟蒸馏分析（如 ASTM D6352）的一款出色仪器。本方法的卓越性能源于极高的保留时间精密度，以及对碳数大于 C₉₀ 的正构烷烃的出色的分离和检测能力。使用 5010 标准物质成功验证了该系统，减压瓦斯油的平行样运行符合 ASTM 重现性要求。

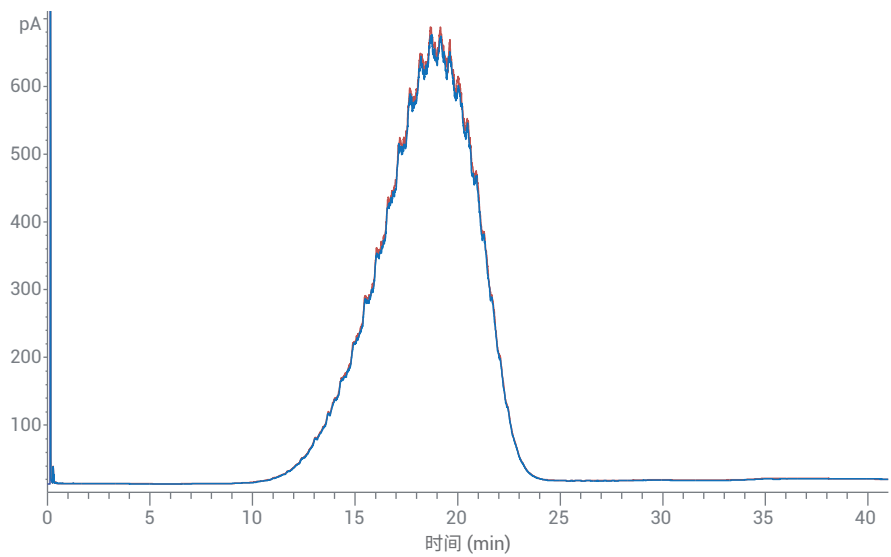


图 4. 减压瓦斯油样品重复分析的叠加色谱图。表 4 显示了 Agilent SimDis 软件工程报告结果以及重现性 (r) 性能，并与 ASTM D6523 重现性限值进行了比较

表 4. 减压瓦斯油的结果和精密度

收率 %	温度		重现性	
	第 1 次进样	第 2 次进样	重现性计算值	ASTM 重现性
IBP (0.5)	404	406	2	8.1
5	441	441	0	2.3
10	455	455	0	2.8
15	465	465	0	
20	473	473	0	2.7
25	480	480	0	
30	485	485	0	2.4
35	490	490	0	
40	495	495	0	2.6
45	499	499	0	
50	503	503	0	2.7
55	507	507	0	
60	511	511	0	2.4
65	515	515	0	
70	520	519	1	3
75	524	524	0	
80	528	528	0	3
85	533	533	0	
90	539	539	0	3.4
95	547	546	1	4.7
FBP (99.5)	570	566	4	13.9

参考文献

1. ASTM D6352, Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Distillates in Boiling Range from 174 °C to 700 °C by Gas Chromatography, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2019
2019年1月23日, 中国出版
5994-0637ZHCN