

# Сверхбыстрый анализ газов нефтепереработки с помощью трехканального ГХ 490 Micro GC с опцией обратной продувки на детектор

## Автор

Че Чанг (Jie Zhang)  
Agilent Technologies, Inc.

## Введение

Газы нефтепереработки — это побочный продукт переработки сырой нефти. Их можно использовать в качестве топлива или как сырье для последующей переработки. Источники газов нефтепереработки и процессы, в которых они образуются, бывают различными, поэтому различается и их состав. Для оптимизации процессов нефтепереработки и обеспечения качества продукции необходимо знать состав этих газов. ГХ Agilent 490 Micro GC — это быстрый и надежный метод определения состава газов нефтепереработки.

Традиционный анализатор газов нефтепереработки 490 Micro GC поставляется в четырехканальной конфигурации:

- колонка CP-Molsieve для анализа постоянных газов;
- колонка CP-PoraPLOT U для определения  $\text{CO}_2$ , этилена, ацетилена, этана и сероводорода ( $\text{H}_2\text{S}$ );
- колонка CP- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{KCl}$  для определения легких насыщенных и ненасыщенных углеводородов C3–C5;
- колонка CP-Sil 5CB для определения углеводородов C6 и C6+.

Данные методические рекомендации описывают результаты анализа газов нефтепереработки, полученные на колонке с оксидом алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), снабженной опцией обратной продувки на детектор (BF2D). В ходе анализа компоненты C6 и C6+ улавливаются предколонкой, а целевые соединения — насыщенные и ненасыщенные углеводороды C3–C5 — попадают в аналитическую колонку. Затем предколонка продувается обратным потоком, пока на аналитической колонке поддерживается прямой поток газа-носителя. В результате компоненты C6/C6+ выдуваются обратным потоком через колонку на катарометр. Таким образом, функции третьего и четвертого каналов традиционной четырехканальной конфигурации можно объединить в одной колонке  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с опцией обратной продувки на детектор BF2D, особенно если концентрации отдельных тяжелых углеводородов ( $\geq \text{C6}$ ) не критичны для контроля качества нефтехимического газа и для оптимизации процесса переработки нефти.

## Оборудование: трехканальная конфигурация для анализа газов нефтепереработки

**Канал 1:** колонка CP-Molsieve 5Å, 10 м, с традиционной опцией обратной продувки на сброс, для анализа постоянных газов, кроме диоксида углерода (CO<sub>2</sub>), для увеличения стабильности времен удерживания доступна функция RTS.

**Канал 2:** колонка CP-PoraPLOT U, 10 м, с традиционной опцией обратной продувки на сброс, для определения CO<sub>2</sub>, C2 и H<sub>2</sub>S. Для того чтобы обеспечить обнаружение H<sub>2</sub>S в концентрациях на уровне ppm, весь тракт 490 Micro GC от ввода пробы до детектора сделан инертным с помощью системы деактивации Ultimet (Методические рекомендации 5991-6241).<sup>1</sup>

**Канал 3:** колонка CP-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/KCl, 10 м, с опцией обратной продувки на детектор BF2D, для определения углеводородов C3–C5 и суммарного количества компонентов C6/C6+.

На рис. 1 показана хроматограмма смеси водорода, кислорода, азота, метана и монооксида углерода на колонке CP-Molsieve 5Å. Это канал с обратной продувкой, поэтому все компоненты, которые элюируются после CO, будут сброшены в атмосферу.

## Проба

Номер пика	Соединение	Концентрация (моль/моль)
1	Водород	12,9%
2	Кислород	0,098%
3	Азот	До 100%
4	Метан	4,99%
5	Монооксид углерода	0,989%
6	Углекислый газ	2,96%
7	Этилен	2,07%
8	Этан	3,94%
9	Ацетилен	1,06%
10	Сероводород	0,5%
11	Пропан	1,99%
12	Пропилен	0,980%
13	Пропадиен	1,01%
14	Изобутен	0,295%
15	n-бутан	0,295%
16	транс-бутен-2	0,303%
17	Бутен-1	0,295%

Номер пика	Соединение	Концентрация (моль/моль)
18	Изобутан	0,307%
19	цис-бутен-2	0,306%
20	Пропин	1,01%
21	Изопентан	0,104%
22	Бутадиен-1,3	0,311%
23	n-пентан	0,097%
24	транс-пентен-2	0,098%
25	транс-бутен-2; пентен-1	0,046%; 0,104%
26	цис-пентен-2	0,094%
27	n-гексан	0,024%

Таблица 1. Методика анализа газов нефтепереработки

Тип колонки	10 м, MS5A, BF	10 м, PPU, BF	10 м AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , BF2D
Газ-носитель	Аргон	Гелий	Гелий
Температура устройства ввода пробы	110 °C	110 °C	110 °C
Время ввода	40 мс	40 мс	40 мс
Давление на входе колонки	150 кПа	150 кПа	300 кПа
Температура колонки	80 °C	100 °C	90 °C
Момент обратной продувки	6,5 с	6,6 с	7 с

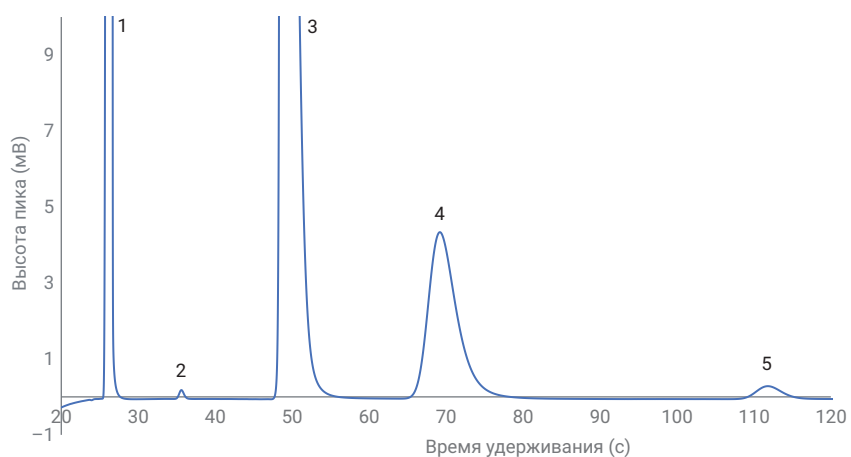


Рис. 1. Стандартный газ (модельная проба газа нефтепереработки) на колонке MS5A

На рис. 2 показана хроматограмма смеси диоксида углерода, этилена, этана, ацетилена и сероводорода.

На рис. 3 показана хроматограмма смеси насыщенных и ненасыщенных углеводородов с 3–5 атомами углерода и выше в канале с колонкой  $Al_2O_3$ . Углеводороды C6+ выдуваются через референсную колонку на детектор. Полученный отрицательный пик может быть инвертирован в положительный для количественного анализа. Весь анализ занимает менее 180 с.

Дополнительное преимущество — это улучшенное разделение *транс*-бутена-2 и бутена-1. Оно намного лучше, чем для традиционных колонок  $Al_2O_3$  длиной 10 м с обратной продувкой на сброс, потому что предколонка имеет другую неподвижную фазу и уменьшенный внутренний диаметр. В результате ширина пиков углеводородов C3–C5 на входе в колонку  $Al_2O_3$  намного меньше, что позволяет лучше разделять изомеры. Такой канал с опцией обратной продувки на детектор позволяет избавиться от четвертого канала для анализа высших углеводородов. Кроме того, такая конфигурация предотвращает попадание компонентов C6/C6+ на колонку  $Al_2O_3$ , что защищает ее от тяжелых углеводородов и потенциальных помех в ходе последующих анализов.

В табл. 2 перечислены воспроизводимости времен удерживания для канала с опцией обратной продувки на детектор BF2D: OCO для времен удерживания находится в диапазоне 0,04–0,09%. Такая отличная воспроизводимость гарантирует точность и надежность результатов количественного анализа.

## Выводы

Канал колонки CP- $Al_2O_3$ /KCl с опцией обратной продувки на детектор обеспечивает быстрое и надежное определение полного состава нефтехимических газов. Полный анализ занимает всего три минуты, а отличная воспроизводимость времен удерживания гарантирует правильную и надежную идентификацию и количественное

определение компонентов. Трехканальная конфигурация анализатора нефтехимических газов с опцией обратной продувки на детектор — это хорошая альтернатива традиционной четырехканальной конфигурации там, где скорость анализа и высокая пропускная способность анализатора особенно важны.

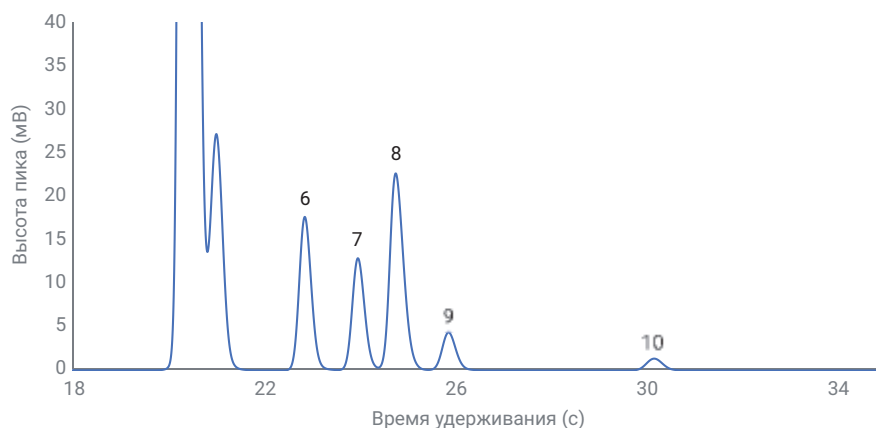


Рис. 2. Стандартный газ (модельная проба газа нефтепереработки) на колонке PPU

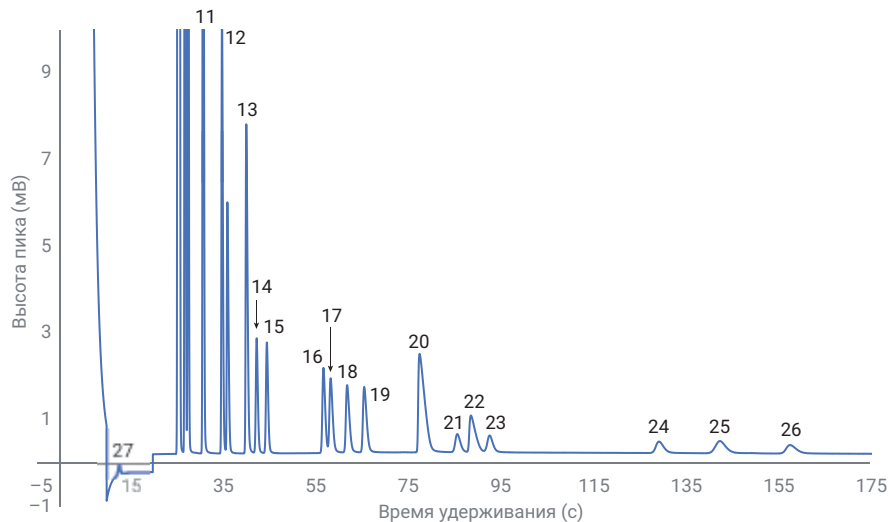


Рис. 3. Стандартный газ (модельная проба газа нефтепереработки) на колонке  $Al_2O_3$  с BF2D

Таблица 2. ОСО времен удерживания (%) типичных соединений на колонке Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (30 повторений)

Номер пика	Время удерживания (с)							
	27	16	17	18	19	24	25	26
Номер ввода	С6+	транс-бутен-2	Бутен-1	Изобутен	цис-бутен-2	транс-пентен-2	транс-бутен-2 + пентен-1	цис-пентен-2
1	12,48	56,97	58,43	62,60	66,51	129,24	142,77	157,60
2	12,48	56,99	58,45	62,62	66,54	129,30	142,83	157,67
3	12,48	56,98	58,45	62,61	66,53	129,29	142,80	157,67
4	12,49	57,00	58,47	62,63	66,56	129,35	142,86	157,75
5	12,48	57,00	58,46	62,63	66,56	129,34	142,88	157,71
6	12,48	57,03	58,50	62,67	66,60	129,44	143,02	157,87
7	12,49	57,03	58,49	62,67	66,59	129,43	142,98	157,82
8	12,49	57,02	58,49	62,67	66,59	129,42	142,96	157,83
9	12,48	57,04	58,51	62,69	66,61	129,47	143,05	157,94
10	12,49	57,03	58,50	62,68	66,60	129,41	142,96	157,82
11	12,49	57,04	58,51	62,69	66,61	129,47	143,02	157,91
12	12,49	57,07	58,54	62,72	66,65	129,51	143,13	157,96
13	12,49	57,04	58,51	62,68	66,61	129,44	143,00	157,92
14	12,49	57,04	58,51	62,69	66,61	129,45	143,00	157,86
15	12,49	57,05	58,52	62,70	66,63	129,51	143,10	157,96
16	12,48	57,06	58,53	62,71	66,64	129,53	143,08	157,97
17	12,48	57,06	58,53	62,71	66,64	129,54	143,18	158,03
18	12,48	57,08	58,56	62,74	66,67	129,57	143,18	158,08
19	12,48	57,08	58,55	62,73	66,66	129,59	143,19	158,05
20	12,49	57,08	58,56	62,74	66,67	129,60	143,20	158,08
21	12,48	57,09	58,57	62,75	66,68	129,65	143,25	158,14
22	12,48	57,07	58,54	62,72	66,65	129,57	143,19	158,04
23	12,48	57,07	58,55	62,73	66,66	129,63	143,20	158,09
24	12,48	57,07	58,55	62,73	66,66	129,59	143,20	158,06
25	12,48	57,05	58,52	62,70	66,63	129,51	143,12	157,98
26	12,48	57,07	58,54	62,72	66,65	129,56	143,13	158,02
27	12,49	57,06	58,53	62,71	66,63	129,51	143,10	157,96
28	12,49	57,04	58,51	62,69	66,62	129,49	143,03	157,91
29	12,48	57,06	58,53	62,71	66,64	129,51	143,04	157,94
30	12,48	57,05	58,52	62,70	66,62	129,46	143,04	157,88
Средн.	12,48	57,04	58,51	62,69	66,62	129,48	143,05	157,92
Относительное стандартное отклонение (RSD), %	0,040%	0,055%	0,060%	0,063%	0,065%	0,079%	0,091%	0,087%

## Литература

1. "Fast refinery gas analysis using the Agilent 490 micro GC QUAD", *методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 5991-6241.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2018.  
Напечатано в США 10 июля 2018 г.  
5994-0040RU