

# 高温模拟蒸馏气相色谱法用于原油的馏分分布分析

GC-245

**摘要：** 本文使用岛津 GC-2030 气相色谱仪结合最新 OCI-2030(NX) 冷柱头进样口建立了一种高温模拟蒸馏 ASTM D7169 的分析方法。使用石油化工科学研究院的色谱标样、参考油样，实际油样及 0.53 mm 的金属毛细柱，结合岛津最新 OCI-2030(NX) 冷柱头进样口来完成分析。结果显示：按照 ASTM D7169 方法，可以快速测定高沸石油馏分的沸点分布和温度切割点，馏程范围为初馏点—终馏点 720°C。本方案重复性好，分析时间短，结果准确。

**关键词：** 气相色谱仪 OCI-2030(NX) 高温模拟蒸馏 原油

色谱模拟蒸馏就是运用色谱技术模拟经典的实沸点蒸馏方法来测定各种石油馏分的流程。其中 ASTM D7169 可用于测定原油及有残留的原油切割组分的模拟蒸馏，采用的是外标法，测定温度到 720°C，可以测定到 C<sub>100</sub>。

本方法主要针对 ASTM D7169 馏程范围为初馏点—终馏点 720°C 的馏分分析，具有数据准确、分析

快速、用样量少、自动化程度高的优点，可用于评价石油加工过程控制、原有调配方案制定、常减压塔蒸馏过程拔出率评价。

本方案采用岛津公司 GC-2030 结合最新的冷柱头进样口 OCI-2030(NX)，为高温模拟蒸馏提供了一个简便的解决方案。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GC-2030 (配置 OCI-2030(NX) 和 FID 检测器)

### 1.2 实验步骤

#### 1.2.1 基线补偿

正式进样之前，在与运行油样相同的操作条件下进行空白作业，以便于对基线漂移、噪声和残存作适当扣除。基线补偿见图 1。

#### 1.2.2 正构烷烃混合样分析

在线性程序升温条件下测定已知正构烷烃混合物中各组分保留时间和色谱峰面积，获得温度 - 保留时间的校正曲线。正构烷烃混合样分析色谱图见图 2。

#### 1.2.3 样品分析

在与测定正构烷烃混合物相同的色谱条件下，将试样按照沸点次序分离，同时进行切片积分，获得对应的累加面积以及相应的保留时间，馏分油样品分析色谱图见 4。馏分油样模拟蒸馏数据报告见表 1。

### 1.3 分析条件

柱温：35°C (0 min)-15°C /min-430°C (11 min)

载气控制方式：恒流控制

载气流量：19 ml/min

进样方式：冷柱头进样

100°C (0 min)-15°C /min-430°C (15 min)

FID 温度：450°C

氢气流量：32 ml/min

空气流量：200 ml/min

尾吹：24 ml/min

进样方式：AOC-20i 自动进样

进样量：0.2 μL

色谱柱：RIPP-GSD-2 5 m×0.53 mm×0.15 μm

## ■ 样品前处理

### 2.1 标准品的制备

正构烷烃混合标样 C<sub>5</sub>-C<sub>100</sub> (DX-2K) 由石油化工科学研究院提供, 可直接上机进样。

参考油样 (HTSD) 由石油化工科学研究院提供, 用 CS<sub>2</sub> 稀释成质量分数为 2% 的混合样品上机进样。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 空白 (基线补偿) 色谱图

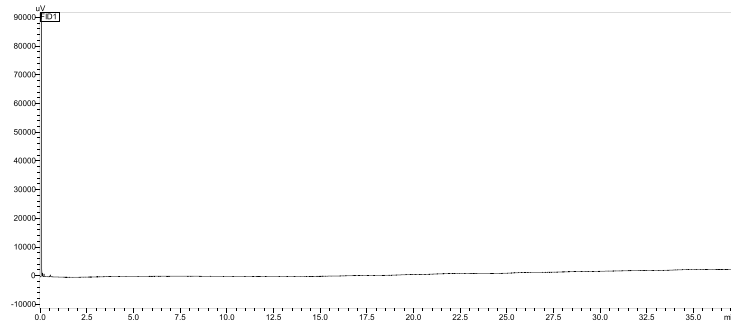


图 1 CS<sub>2</sub> 色谱图

### 3.2 C<sub>5</sub>-C<sub>100</sub> 正构烷烃混合样品色谱图

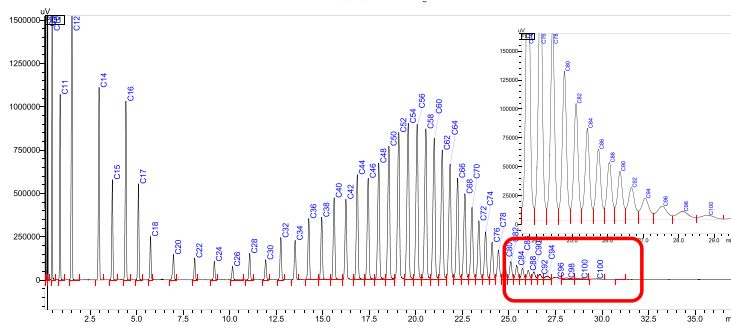


图 2 C<sub>5</sub>-C<sub>100</sub> 正构烷烃混合样品色谱图

### 3.3 C<sub>5</sub>-C<sub>100</sub> 正构烷烃混合样品得到的温度 - 保留时间校正曲线

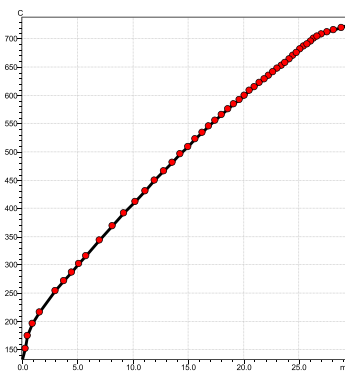


图 3 温度 - 保留时间校正曲线

### 3.4 参考油样标准色谱图

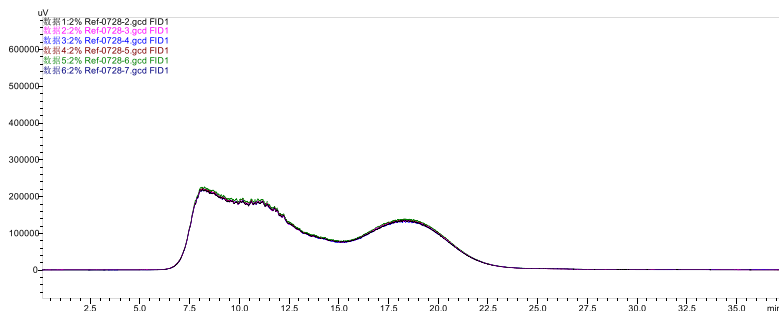


图 4 参考油样标准色谱图

### 3.5 参考油样回收率

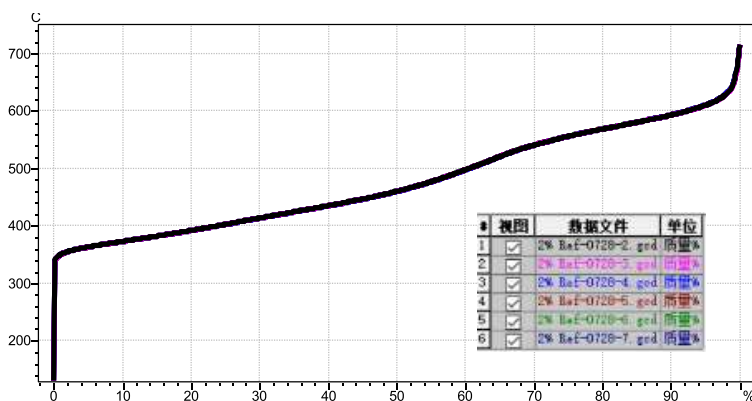


图 5 参考油样回收率曲线

### 3.6 参考油样模拟蒸馏数据报告表

表 1 参考油样模拟蒸馏数据报告表

回收率 [%]	T1[°C]	T2[°C]	T3[°C]	T4[°C]	T5[°C]	T6[°C]	AVT[°C]	标准偏差	%RSD	参考范围
IBP	346.3	345.3	346	345.7	345.4	345.8	345.8	0.37	0.11	334-366
5	363.3	363.2	363.3	363.2	363.2	363.2	363.2	0.06	0.02	361-371
10	372.9	372.8	372.8	372.7	372.8	372.8	372.8	0.05	0.01	369-379
20	392	391.9	391.9	391.8	392	391.8	391.9	0.08	0.02	387-399
30	413.7	413.5	413.4	413.5	413.6	413.4	413.5	0.1	0.02	406-420
40	435.2	435	434.8	435	435.1	434.9	435	0.12	0.03	427-443
50	460.2	460.1	459.8	460	460.2	459.9	460.1	0.17	0.04	451-467
60	497.7	497.8	497.4	497.7	498	497.5	497.7	0.21	0.04	486-502
70	540.5	540.6	540.5	540.8	540.9	540.6	540.7	0.17	0.03	530-546
80	568.5	568.5	568.6	568.7	568.8	568.6	568.6	0.13	0.02	557-573
90	592.8	592.8	593.1	593	593.3	593	593	0.17	0.03	581-597
95	610	609.9	610.4	610.2	610.5	610.1	610.2	0.22	0.04	597-611
FBP	669	665	669.5	665.8	669.6	666.7	667.6	2.03	0.3	606-670

## 3.7 原油样品色谱图

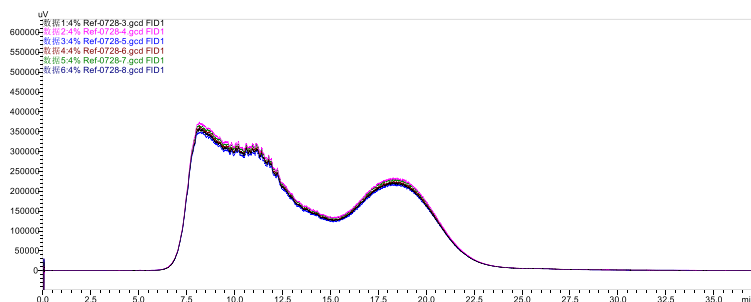


图 6 原油样品标准色谱图

## 3.8 原油样品色谱图

表 2 原油样品蒸馏数据报告表

回收率 [%]	T1[°C]	T2[°C]	T3[°C]	T4[°C]	T5[°C]	T6[°C]	AVT[°C]	标准偏差	%RSD
IBP	346.2	345.6	345.6	345.7	346	345.3	345.7	0.33	0.09
5	363.4	363.3	363.3	363.4	363.4	363.3	363.4	0.05	0.01
10	373.1	373.1	373	373.1	373.1	373	373.1	0.05	0.01
20	392.5	392.5	392.4	392.4	392.6	392.4	392.5	0.09	0.02
30	414.2	414.3	414.1	414.2	414.4	414.2	414.2	0.1	0.02
40	435.8	436	435.8	435.8	436.1	435.8	435.9	0.14	0.03
50	460.9	461.4	461	461	461.4	461.2	461.2	0.22	0.05
60	498.2	498.9	498.6	498.5	498.9	498.8	498.6	0.29	0.06
70	540.7	541.2	541.2	541.1	541.1	541.3	541.1	0.21	0.04
80	568.6	568.9	569	568.9	568.8	569	568.9	0.15	0.03
90	593	593.2	593.4	593.4	593.1	593.3	593.2	0.15	0.03
95	610.1	610.1	610.5	610.5	610.1	610.3	610.3	0.19	0.03
FBP	666.3	664.1	667.4	668.5	665.4	665.8	666.3	1.56	0.23

## ■ 结论

本文使用岛津 GC-2030 气相色谱仪结合最新 OCI-2030(NX) 建立了 ASTM D7169 高温模拟蒸馏原油馏分分布分析系统。用原油为样品，进行 6 次平行测定，取 BP(初馏点)、5%，10%，20%……95%，FBP(终馏点) 13 个点计算标准偏差和相对标准偏差，如表 2。可看出，在原油的模拟蒸馏中，最大的标准偏差为 1.56，说明该方法的精密度高，最大的相对标准误差为 0.23，说明重复性好，此验证了仪器的优越性能，展示了系统的高精密密度。

岛津应用云

