

SCION SQ 在模拟蒸馏中的应用

作者：李丕

审核：姜振喜

摘要：美国材料与试验协会标准 ASTM D2887 采用气相色谱法模拟油分蒸馏过程，是应用比较广泛的馏程分布测定方法。本文沿用 D2887 方法，但使用质谱检测器替代标准中氢火焰离子化检测器（FID），获得了更加准确的定性判定效果。GCMS 可作为一项有效的辅助补充工具，应用于油分模拟蒸馏。

关键词：SCION SQ，模拟蒸馏，D887

1. 引言

石油产品的馏程数据是石油加工过程控制、常减压塔蒸馏过程拔出率评价及石油产品检测的重要指标，同时也是制定原油调配方案的重要依据。美国材料与试验协会标准 ASTM D2887 采用气相色谱法模拟油分蒸馏过程，是应用比较广泛的馏程分布测定方法。该标准采用非极性气相色谱柱，从初温以恒定速率线性升温，从而使混合烃标准品按照沸点由低到高依次洗脱，进入检测器被检测。实际样品以同一升温程序，讲实际样品中各个峰的保留时间与标准品的保留时间比对，从而判定实际样品中各个峰的沸点范围。本文沿用 D2887 方法，以 MS 检测器替代标准中的 FID 检测器，以保留时间判定沸点，同时以 NIST 谱库定性判定待测物质，获得了更加准确的定性判定结果。GCMS 可作为一项有效的辅助补充工具，应用于油分模拟蒸馏。

2. 实验部分

使用 SCION SQ 气质联用仪，对 ASTM D2887 标准品进行分析测定，20 种待测物得到了良好的基线分离，分离色谱图如图 1 所示。样品信息及仪器条件见表 1-2。

表 1 仪器条件

仪器	SCION 456GCSQ (部件号 SCIONSQSEL512)
色谱柱	BR-1ms, 30 m*0.25 mm*0.5 um
进样口	分流不分流进样口，350℃
进样量	1uL，分流比 10:1
载气	He, 1 mL/min
程序升温	35℃，保持 1 min，以 10℃/min 升到 320℃，保持 25 min
扫描方式	全扫描，26-620m/z
溶剂延迟	1.2 min
传输线	300℃
离子源	EI 源，70eV，250℃

天美(中国)科学仪器有限公司
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn

表 2 样品信息

序号	简称	名称	CAS 号	序号	简称	名称	CAS 号
1	C5	n-pentane	109-966-0	11	C16	n-hexadecane	544-76-3
2	C6	n-hexane	110-54-3	12	C17	n-heptadecane	629-78-7
3	C7	n-heptane	142-82-5	13	C18	n-octadecane	593-45-3
4	C8	n-octane	111-65-9	14	C20	n-eicosane	112-95-8
5	C9	n-nonane	111-84-1	15	C24	n-tetracosane	646-31-1
6	C10	n-decane	124-18-5	16	C28	n-octacosane	630-02-4
7	C11	n-undecane	1120-21-4	17	C32	n-dotriacontane	544-85-4
8	C12	n-dodecane	112-40-3	18	C36	n-hexatriacontane	630-06-8
9	C14	n-tetradecane	629-59-4	19	C40	n-tetracontane	4181-95-7
10	C15	n-pentadecane	629-62-9	20	C44	n-tetratetracontane	7098-22-8

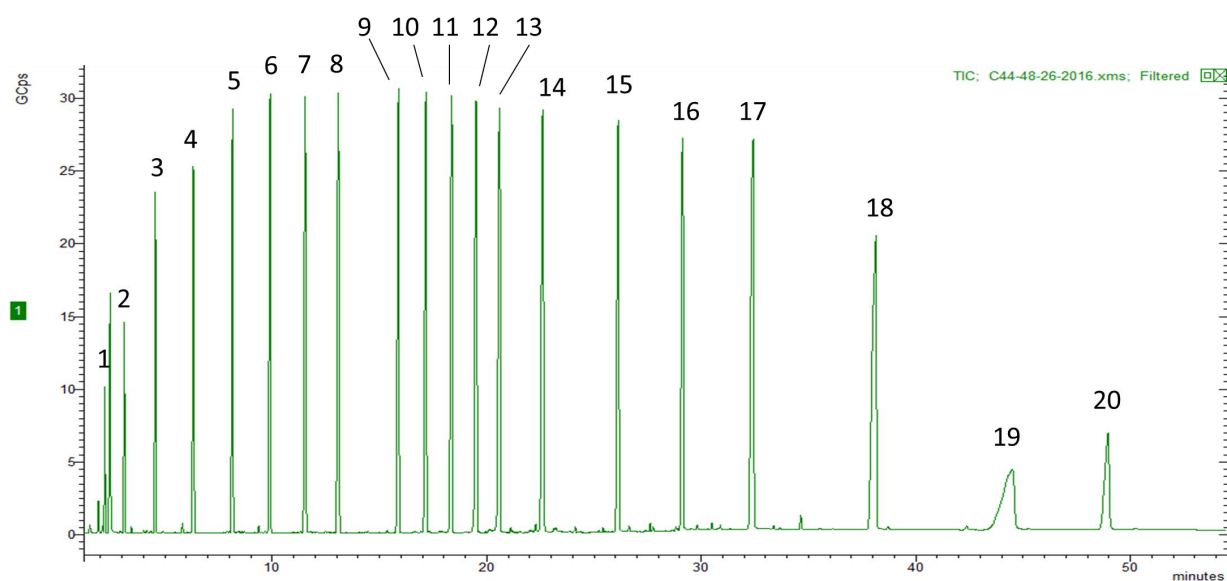


图 1 总离子流图

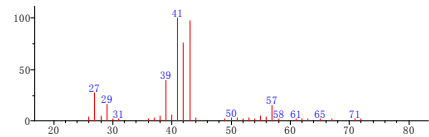
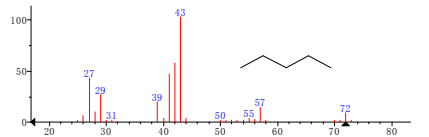
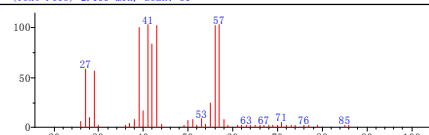
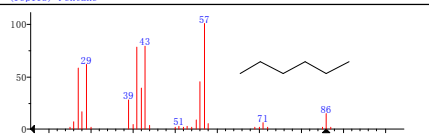
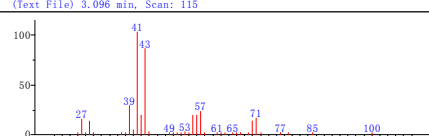
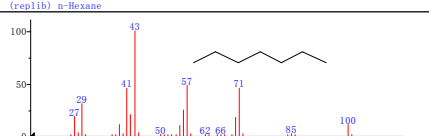
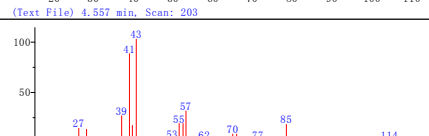
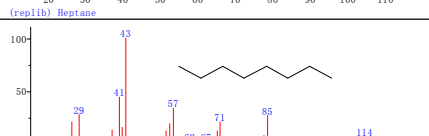
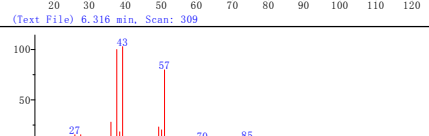
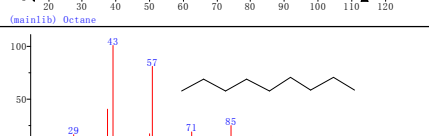
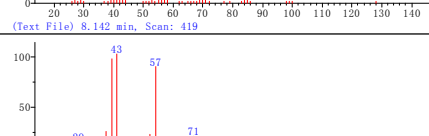
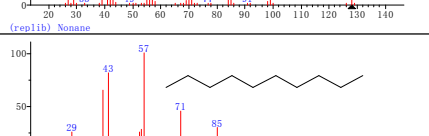
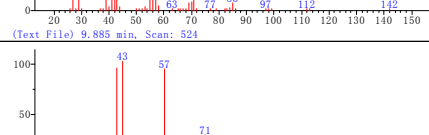
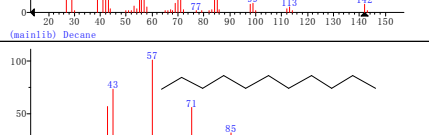
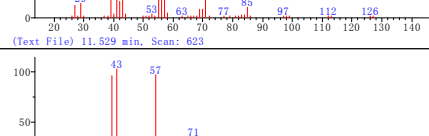
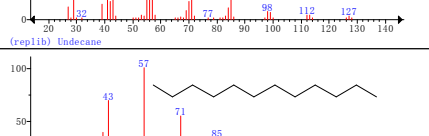
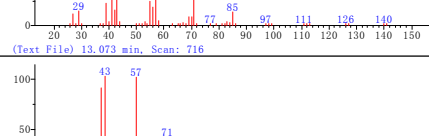
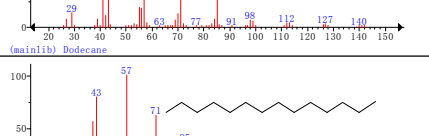
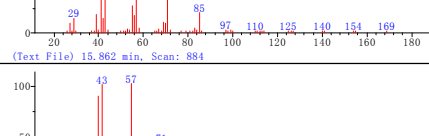
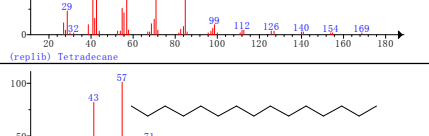
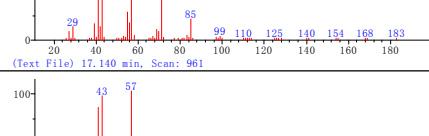
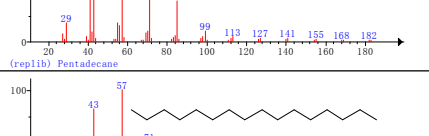
注：样品信息见表 2

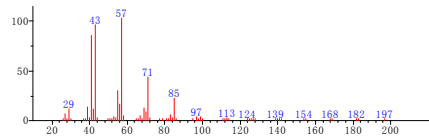
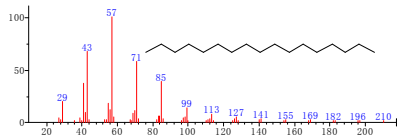
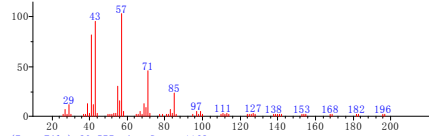
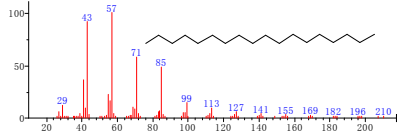
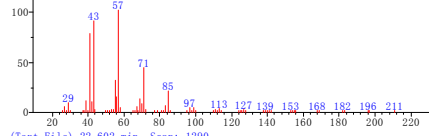
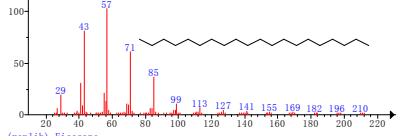
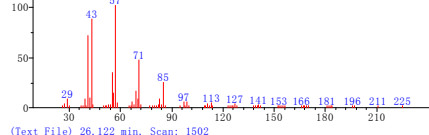
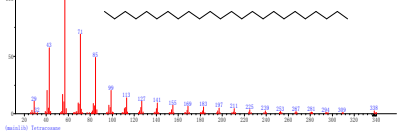
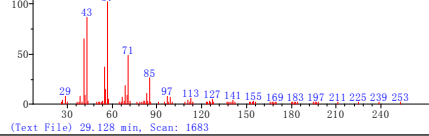
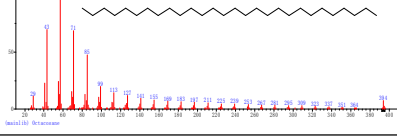
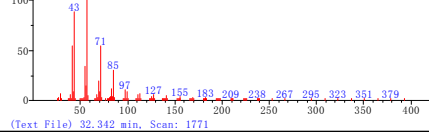
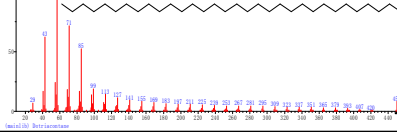
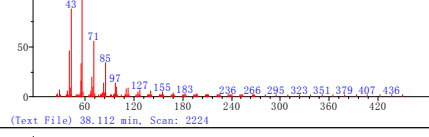
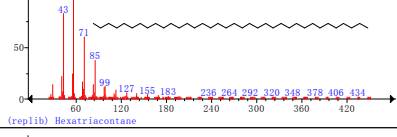
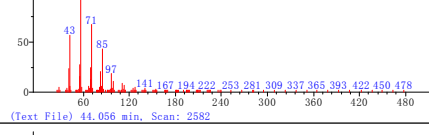
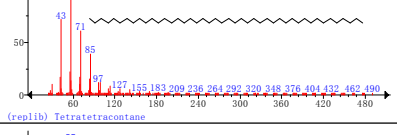
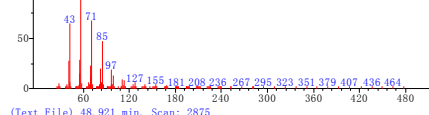
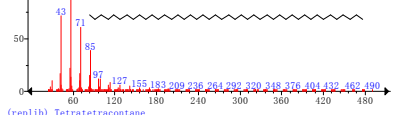
3. 结果讨论

将待测物质谱信息进行检索，与 NIST 标准谱库匹配良好，匹配度均大于 700，结果如表 3 所示。

表 3 样品质谱图与 NIST 比对结果

序号	简称	RT	样品质谱图	NIST 质谱图	匹配度
----	----	----	-------	----------	-----

1	C5	2.199	 <p>(Text File) 2.199 min, Scan: 61</p>	 <p>(reflib) Pentane</p>	891
2	C6	3.096	 <p>(Text File) 3.096 min, Scan: 115</p>	 <p>(reflib) n-Hexane</p>	847
3	C7	4.553	 <p>(Text File) 4.557 min, Scan: 203</p>	 <p>(reflib) Heptane</p>	842
4	C8	6.361	 <p>(Text File) 6.316 min, Scan: 309</p>	 <p>(reflib) Octane</p>	853
5	C9	8.142	 <p>(Text File) 8.142 min, Scan: 419</p>	 <p>(reflib) Nonane</p>	820
6	C10	9.885	 <p>(Text File) 9.885 min, Scan: 524</p>	 <p>(reflib) Decane</p>	854
7	C11	11.529	 <p>(Text File) 11.529 min, Scan: 623</p>	 <p>(reflib) Undecane</p>	845
8	C12	13.073	 <p>(Text File) 13.073 min, Scan: 716</p>	 <p>(reflib) Dodecane</p>	850
9	C14	15.862	 <p>(Text File) 15.862 min, Scan: 884</p>	 <p>(reflib) Tetradecane</p>	880
10	C15	17.140	 <p>(Text File) 17.140 min, Scan: 961</p>	 <p>(reflib) Pentadecane</p>	853
11	C16	18.352	 <p>(Text File) 18.352 min, Scan: 1034</p>	 <p>(reflib) Hexadecane</p>	872

12	C17	19.498	 (Text File) 19.498 min, Scan: 1103	 (replib) Heptadecane	842
13	C18	20.577	 (Text File) 20.577 min, Scan: 1168	 (replib) Octadecane	840
14	C20	22.602	 (Text File) 22.602 min, Scan: 1290	 (replib) Eicosane	839
15	C24	26.122	 (Text File) 26.122 min, Scan: 1502	 (replib) Heneicosane	821
16	C28	29.128	 (Text File) 29.128 min, Scan: 1683	 (replib) Docosane	819
17	C32	32.416	 (Text File) 32.416 min, Scan: 1771	 (replib) Triacontane	817
18	C36	38.112	 (Text File) 38.112 min, Scan: 2224	 (replib) Hexatriacontane	843
19	C40	44.056	 (Text File) 44.056 min, Scan: 2582	 (replib) Tetratriacontane	891
20	C44	48.921	 (Text File) 48.921 min, Scan: 2875	 (replib) Tetraetracontane	894

4. 结论

采用 SCION SQ 对 D2887 样品进行分析，获得了良好地分离分析。质谱检测器不仅可以得到物质的保留时间，还可以获得物质的质谱信息，并有 NIST 标准谱库检索定性，操作简单，使用方便，是模拟蒸馏应用中的一项有效辅助工具。