

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/ T 7504—94

原油中正辛烷及以前烃组分分析 气相色谱法

1994-12-21 发布

1995-06-01 实施

中国石油天然气总公司 发布

原油中正辛烷及以前烃组分分析 气相色谱法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法分析原油中正辛烷及以前烃组分的试剂材料、仪器设备、取样方法、操作步骤、定性定量方法、精密度。

本标准适用于测定原油中正辛烷及以前烃组分的含量，对含水原油指均相乳状液原油。

2 引用标准

GB260 石油产品水分测定法

3 方法提要

原油样品经预切割柱初步分离，正辛烷及以前的烃组分进入分析柱进一步分离成单体烃，其余重组分被反吹放空。用火焰离子化检测器 FID 检测，用内标法或叠加法计算各组分含量。

4 试剂和材料

- a. 癸烷：化学纯。
- b. 6201（或同类）担体：40~60 目。
- c. 色谱固定液：聚甲基硅氧烷。
- d. 2, 2-二甲基丁烷：色谱标准物。
- e. 玻璃取样瓶：20mL，带铝盖和硅橡胶垫片，能密封。
- f. 玻璃瓶封盖器。
- g. 注射针头：12 号、8 号。
- h. 微量进样器：1 μ L 或 10 μ L。
- i. 注射器：30mL。
- j. 氮气：纯度不低于 99.99%。
- k. 氢气：纯度不低于 99.99%。
- l. 净化空气：空气无油，压力大于 0.6MPa。

5 仪器

5.1 气相色谱仪

色谱仪应具有分流进样器和预切割柱装置。

5.1.1 FID 检测限不大于 1×10^{-11} g/s（苯）；噪音不大于 1×10^{-13} A；漂移小于 5×10^{-13} A/h；线性范围大于 10^6 。

5.1.2 柱箱温度控制：柱箱最高使用温度 40~300 $^{\circ}$ C，控温精度 $\pm 2^{\circ}$ C。

5.1.3 色谱工作站：精度 2%。

5.1.4 预切割装置

具有进样室并能保持温度在 150~300 $^{\circ}$ C 之间，配有切换阀。

5.1.5 色谱柱

5.1.5.1 预切割柱:柱长 10~15cm 不锈钢管, 内径 0.8cm, 内装 6201 担体, 涂渍 25% 聚甲基硅氧烷固定液; 预切割柱和切换阀的组合应能把正辛烷及更轻的组分保留, 把重于正辛烷的组分反吹放空。

5.1.5.2 分析柱: 石英毛细管柱, 柱长 50m, 内径 0.2~0.3mm, 内涂聚甲基硅氧烷固定液。

5.2 天平

感量 0.1mg。

6 分析步骤

6.1 分析流程

分析流程见图 1。

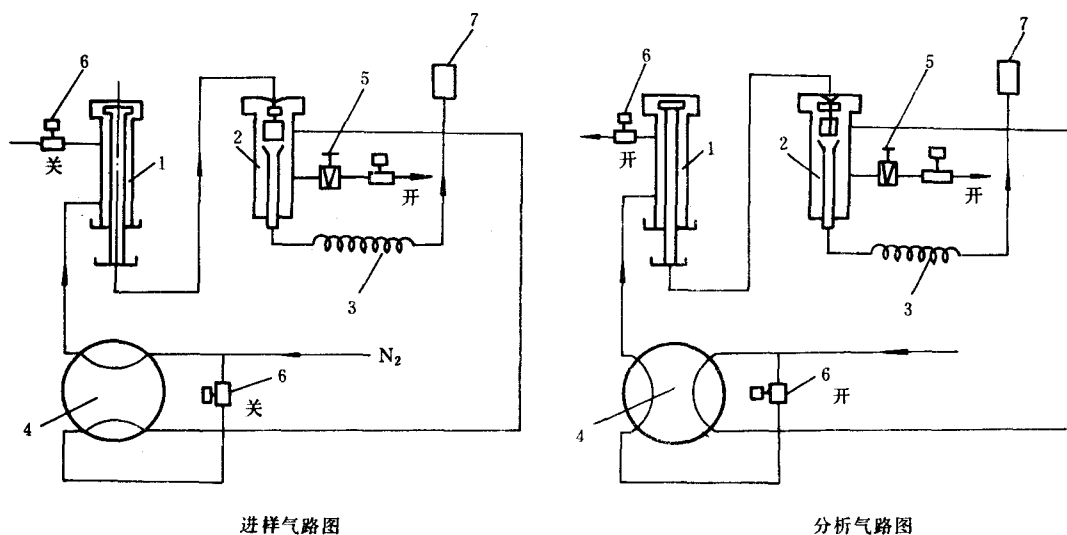


图 1 分析流程图

1—预切割柱; 2—汽化室; 3—毛细管柱; 4—切换阀; 5—分流阀; 6—电磁阀; 7—检测器

6.2 操作条件的确定

6.2.1 切换阀转换时间的确定

切换时间用正辛烷与正壬烷试验确定。

6.2.2 载气流速宜采用 12~15cm/s。

6.2.3 柱温的确定

6.2.3.1 起始温度:宜为 40℃, 保持时间 5min。

6.2.3.2 终止温度:宜为 150℃, 保持时间 5min。

6.2.3.3 升温速率: 宜为 2℃/min。

6.3 加入内标物

按附录 A (补充件) 取样方法取得的玻璃取样瓶中的样品经充分摇匀后, 根据原油质量加入一定量的内标物质, 大约为原油样品质量的 0.5%, 用天平称量, 精确到 0.1mg, 再一次摇匀。

6.4 进样及分析

调整好仪器, 用微量进样器进样, 同时启动计时器, 按所确定的时间转动切换阀, 待要分析的组分全部从色谱柱流出即完成一次分析。