

使用ACQUITY APC研究原油中的金属聚集体

Sara Gutiérrez Sama, Peter Hancock, Brice Bouyssiere, Carine Arnaudguilhem, Ryszard Lobinski,
Caroline Barrere-Mangote, Pierre Giusti

Laboratory of Bioinorganic Analytical and Environmental Chemistry (LCABIE), TOTAL Refining & Chemicals, TOTAL Research & Technology, Waters Corporation, TOTAL RC – CNRS – Univ. Pau - Univ. Rouen, JOINT LABORATORY C2MC - Complex Matrices Molecular Characterization



这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

通过本应用简报了解ACQUITY APC系统如何实现比SEC更快的石油样品分析，从而建立结构与性质之间的关系，实现原油炼制工艺的优化。

优势

APC技术在10分钟之内即可确定石油产品中不良金属聚集体的分子尺寸。

简介

根据分析物的各种物理化学特性（例如分子大小、芳香度或极性），人们开发出了多种色谱技术用于分离成分复杂的石油样品。凝胶渗透色谱(GPC)和体积排阻色谱(SEC)根据分子大小来分离分子，或者更准确地说，根据流体动力学体积来分离分子。SEC广泛应用于原油行业，而随着重质原油不断带来新的分析难题，该技术的应用持续拓展。在形成机理研究中，采用SEC技术可保留金属-配位键，还能研究某些聚合形态。SEC还可与电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)相结合，用于改进定位技术和加工工艺研究，或者用这种专门的金属检测方法获得聚集体信息。该技术的主要劣势是分析时间过长（使用传统SEC分析方法分析单个样品需要1~2小时）以及溶剂消耗量大（导致溶剂成本、处置成本较高以及相关的环境问题）。

结果与讨论

Waters ACQUITY Advanced Polymer Chromatography (APC)系统是一项突破性的SEC技术，它在基于体积排阻的色谱分离方面缔造了出众的优异性能，能够以令人惊艳的速度获取更多的产品信息。APC系统可实现出色的大分子峰分离度，特别对低分子量生物物质，能以比传统SEC方法快5~20倍的速度提供准确、可重复的分子量信息，此外，它还通过减少溶剂消耗量和废液处置量降低了分析成本，而且在同一系统中即可运行各种大分子应用。

本文研究了四种减压渣油(VR)，即沸点560 °C 以上的重油馏分：VR A.来自南美洲；VR B.来自非洲；VR C.来自俄罗斯；VR D.来自北欧。采用125 Å和450 Å的两根ACQUITY APC XT色谱柱(4.6 x 150 mm, 2.5 µm)进行分离操作。样品稀释160倍后，进样10 µL。ACQUITY APC系统允许采用不同溶剂进行样品制备和淋洗试验，无需增加溶剂置换步骤。所得APC RI谱图见图1。

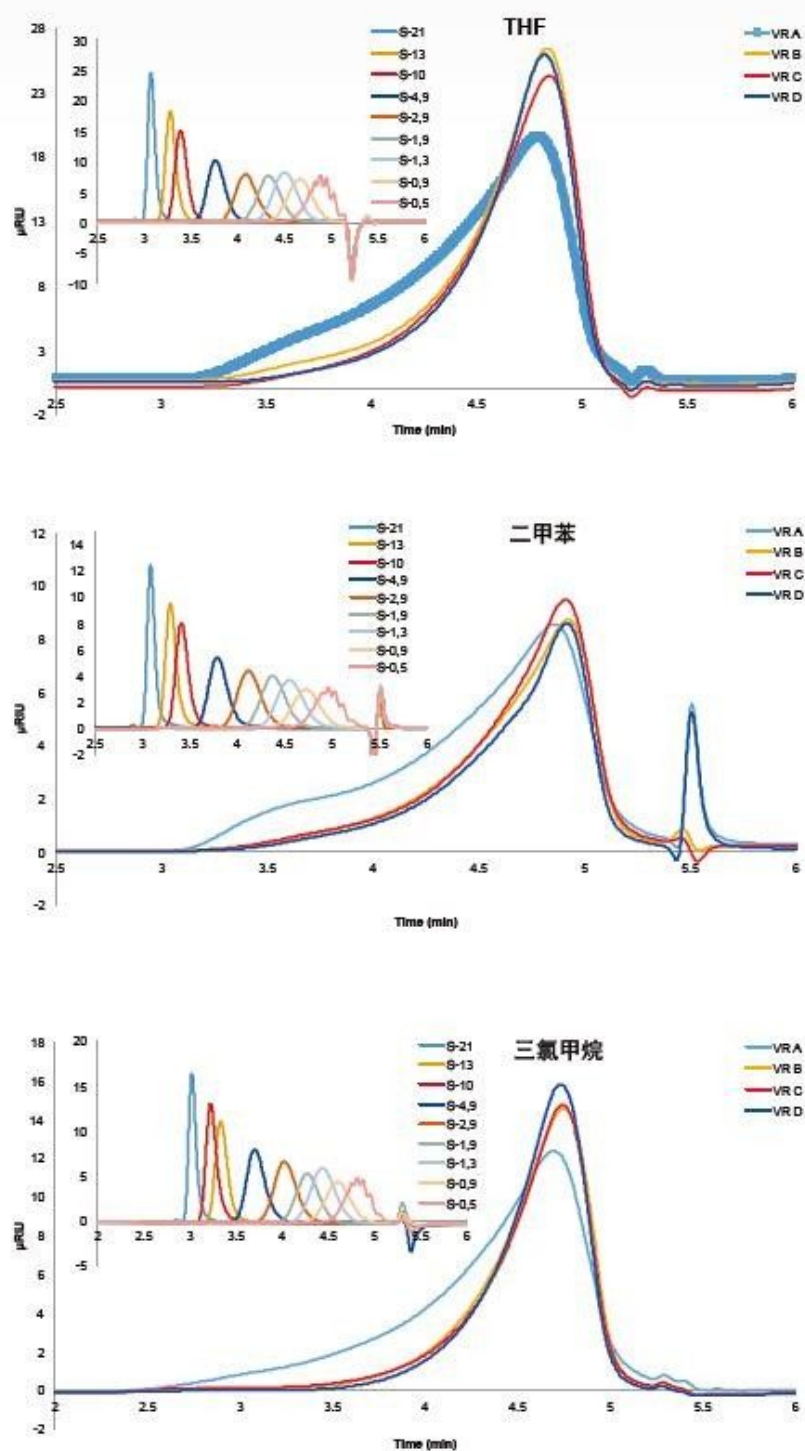


图1.分析使用不同溶剂得到的四种VR样品所得的ACQUITY APC RI色谱图，插图中是分离

0.5~21 kDa的聚苯乙烯标准品所得的结果。

在6分钟之内就成功区分了不同来源的样品，尤其是最重质的VR A，它在谱图中表现为最早洗脱的高分子量化合物。此外，每种溶剂得到不同的谱图，可能是不同聚合形态引起的。

我们将ACQUITY APC与ICP-HR-MS仪器(ELEMENT XR, Thermo Scientific) 联用进行分析，该ICP-HR-MS仪器配备了实验室自制单通道喷雾室的低耗量微喷雾器，所得APC-ICP-HR-MS谱图见图2。

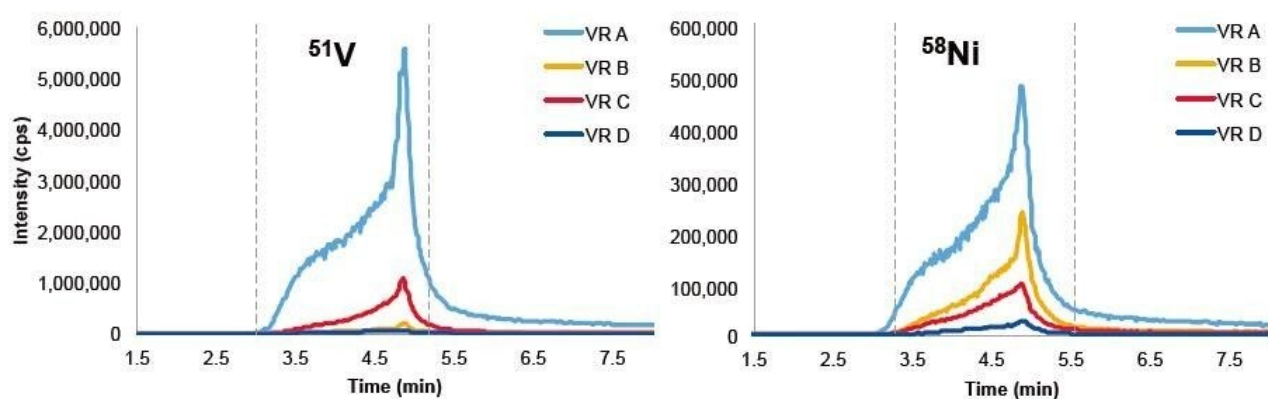


图2.使用THF制备样品并将其作为流动相得到的V和Ni聚集体的APC-ICP-HR-MS色谱图。虚线所示为排除时间2.95 min（对应43700 Da的PS标准品的保留时间）和渗透时间(5.13 min)。

含V和含Ni的化合物呈双峰分布，表明存在分子量不同的多种类型的化合物。使用传统SEC色谱柱也能得到多峰谱图，但分析时间是ACQUITY APC的6倍以上。

结论

- 实验结果表明，ACQUITY APC系统能够实现比SEC更快的石油样品定位分析，以便在结构与性质之间建立关联，从而优化原油精炼工艺。
- 采用APC系统与ICP-HR-MS联用的方法成功检测了4种VR样品。含V- 和含Ni-化合物的大小分布特征表明，样品

中存在大小不同、多种类型的聚集体。

- 实验结果表明，各样品的大小分布特征之间存在的明显差异与样品来源以及所用溶剂有关，而所用溶剂似乎会对聚合形态产生影响。

特色产品

ACQUITY超高效聚合物色谱系统 <<https://www.waters.com/134724426>>

720005625ZH, 2016年5月



©2019 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私](#) [商标](#) [招聘](#) [危险化学品生产经营许可证](#) [Cookie](#) [Cookie设置](#)
[沪ICP备06003546号-2](#) [京公网安备 31011502007476号](#)