

Análisis mediante destilación simulada de destilados medios utilizando el método acelerado ASTM D2887

Autor

Dr. James D. McCurry
Agilent Technologies, Inc.

Resumen

Esta nota de aplicación describe el rendimiento del cromatógrafo de gases Agilent 8890 cuando se sigue el método ASTM D2887B con cada una de las tres columnas capilares especificadas por dicho método. Las medidas de rendimiento claves se cumplieron sin problemas con cada una de las configuraciones sometidas a prueba.

Introducción

El ASTM D2887 es un método cromatográfico de gases utilizado para determinar la distribución del punto de ebullición de destilados medios como el queroseno, el combustible de aviación, el diésel y los aceites ligeros seleccionados¹. ASTM desarrolló una versión acelerada del D2887 con las mismas columnas capilares que el método D2887 original. Para el D2887 acelerado, los tiempos de análisis se redujeron de 30 a nueve minutos con flujos de columna más elevados y rampas de programación de temperatura de horno más rápidas. ASTM ha denominado este método D2887B a partir de las condiciones de funcionamiento incorporadas en el documento D2887 existente.

Experimento

Configuración de los instrumentos y condiciones de funcionamiento

Se configuró un GC Agilent 8890 de acuerdo con las especificaciones del ASTM D2887B en cada una de estas tres columnas:

- **Columna 1:**
HP-1, 10 m × 0,53 mm d.i., 0,88 µm (ref. 19095Z-021)
- **Columna 2:**
HP-1, 5 m × 0,53 mm d.i., 2,65 µm (ref. 19095S-100)
- **Columna 3:**
DB-1, 7.5 m × 0,53 mm d.i., 1,5 µm (ref. 125-1002)

La Tabla 1 muestra la configuración del hardware para el GC 8890 y la Tabla 2, las condiciones de funcionamiento específicas empleadas en cada columna.

Se preparó un patrón de calibración que contenía hidrocarburos normales de C₅ a C₄₄ disolviendo la mezcla de calibración Agilent D2887 (ref. G3440-85037) en 15 ml de disulfuro de carbono. Esta solución se analizó en todas las columnas con las condiciones del instrumento indicadas en la Tabla 2. Después de la calibración, se verificó el rendimiento

del sistema mediante el análisis de la muestra 1 de gasóleo de referencia (RGO), lote 2 (ref. 5060-9086). Se analizaron tres muestras de destilado medio, que representaban intervalos de ebullición dentro del ámbito del D2887, en todas las columnas. Se inyectaron tanto la muestra de RGO como tres muestras de destilado medio puros.

Tabla 1. 8890 configurado para ASTM D2887B.

Parámetro	Valor
Muestreador automático de líquidos	Sistema ALS Agilent 7650
Jeringa	Jeringa para muestreador automático de 5 µl (ref. G4513-80206)
Inyector	Frío en columna (COC)
Detector	Ionización de llama (FID)

Tabla 2. 8890 Condiciones de funcionamiento del ASTM D2887.

ALS	Columna 1	Columna 2	Columna 3
Volumen de inyección de la muestra	0,1 µl	0,1 µl	0,1 µl
Lavados con disolvente previos a la inyección	5 × 0,25 µl CS ₂	5 × 0,25 µl CS ₂	5 × 0,25 µl CS ₂
Lavados con muestra previos a la inyección	ninguno	ninguno	ninguno
Bombeos de muestra	5	5	5
Lavados con disolvente posteriores a la inyección	5 × 0,25 µl CS ₂	5 × 0,25 µl CS ₂	5 × 0,25 µl CS ₂
Retardo de viscosidad	2 segundos	2 segundos	2 segundos
Inyector			
Temperatura inicial	100 °C	100 °C	100 °C
Tiempo de permanencia inicial	0,1 minutos	0,1 minutos	0,5 minutos
Velocidad de rampa	35 °C/min	35 °C/min	35 °C/min
Temperatura final	350 °C	350 °C	350 °C
Columna			
Velocidad de flujo	26 ml/min de helio	35 ml/min de helio	37 ml/min de helio
Temperatura inicial	60 °C	40 °C	40 °C
Tiempo de permanencia inicial	0,1 minutos	0,1 minutos	0,5 minutos
Velocidad de rampa	35 °C/min	35 °C/min	35 °C/min
Temperatura final	360 °C	360 °C	360 °C
FID			
Temperatura	360 °C	350 °C	350 °C
Flujo de hidrógeno	40 ml/min	40 ml/min	40 ml/min
Flujo de aire	400 ml/min	400 ml/min	400 ml/min
Flujo de gas auxiliar	N ₂ a 15 ml/min	N ₂ a 15 ml/min	N ₂ a 15 ml/min

Resultados y comentarios

La Figura 1 muestra los análisis del patrón de calibración de las tres columnas. Todas las columnas mostraron una buena separación de los alcanos normales C_5 a C_8 con una asimetría promedio de 1,1 para todos los picos de C_6 a C_{44} . Además, la resolución cromatográfica para $n-C_{16}$ y $n-C_{18}$ fue superior a 4 en todas las columnas. La Figura 2 muestra un informe de calibración del punto de ebullición para la columna 1 obtenido con el software Agilent SimDis. Se obtuvieron informes similares para los datos de calibración de las columnas 2 y 3 (no se muestran).

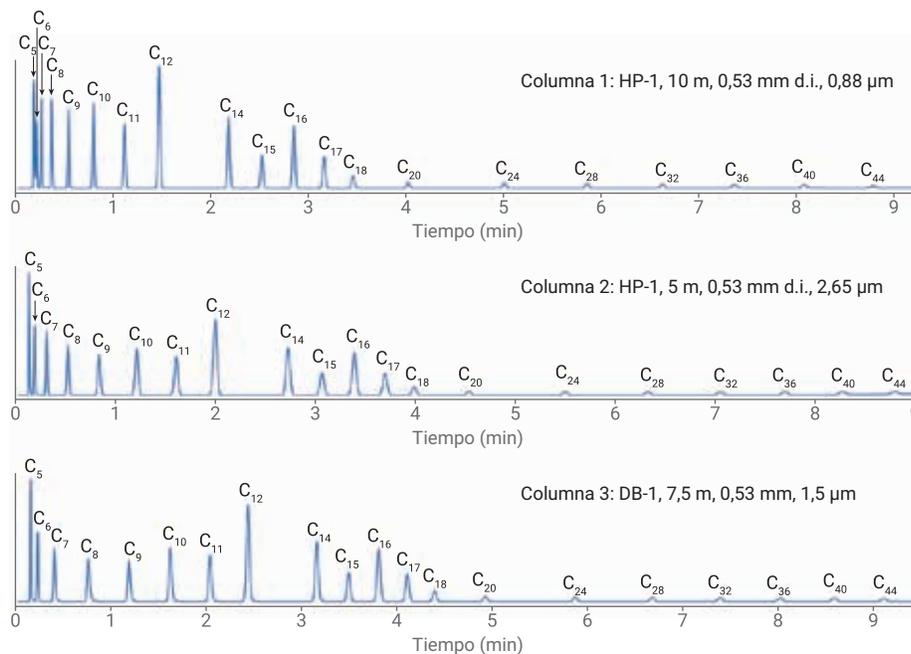


Figura 1. Patrones de calibración analizados en todas las columnas especificadas en ASTM D2887B.

Simulated Distillation Calibration Report D2887 Std

SYSTEM -- 12-Jul-18, 12:46:06 -- D2887B_COC_Col1_Cal
C:\Chem3213\Data\Nexus_D2887_180712\D2887B_Col1_Setup_180712 2018-07-12 11-48-53\D2887B_Col1_Cal3.D (GC DATA FILE)

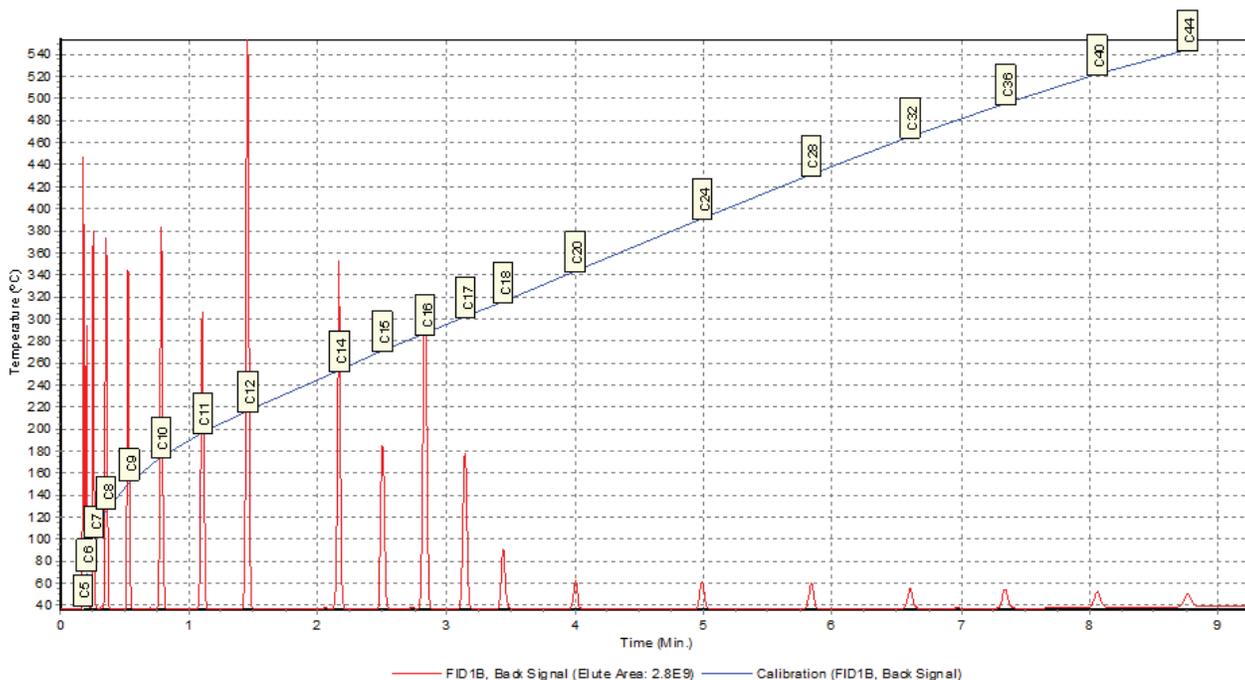


Figura 2. Curva de calibración del punto de ebullición SimDis para la columna 1.

Antes de analizar las muestras, se verificó el rendimiento del sistema mediante el análisis de una muestra de RGO y la comparación de las temperaturas experimentales del punto de corte con los valores de referencia publicados. La Figura 3 muestra un informe de ingeniería que contiene la curva de rendimiento del punto de ebullición y los resultados del RGO obtenidos con la columna 1. En la Tabla 3 se indican los resultados experimentales del rendimiento del RGO comparados con los valores de referencia. Para cada columna, las temperaturas experimentales del punto de corte se sitúan dentro de los intervalos permitidos por ASTM.

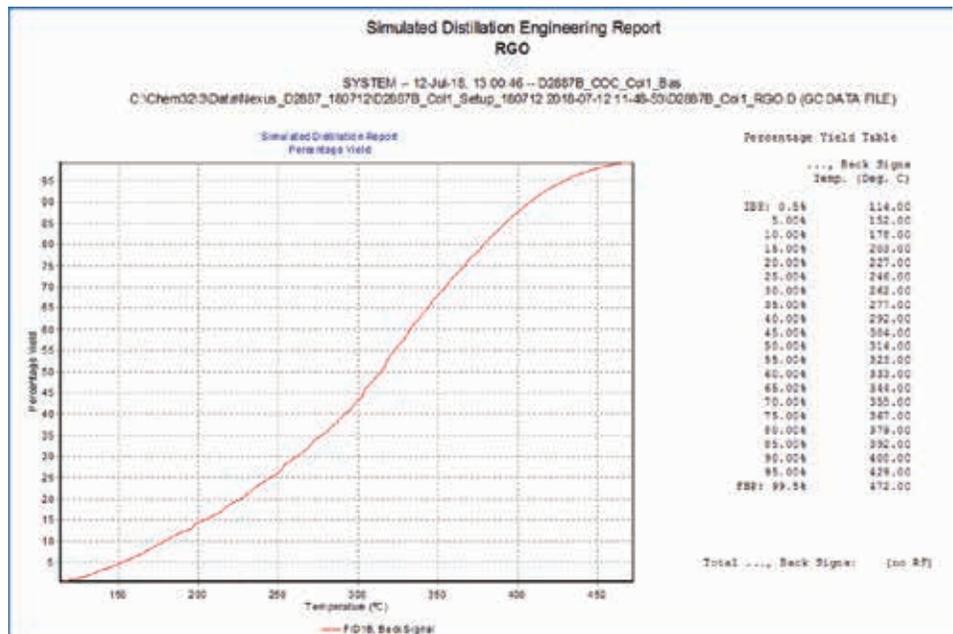


Figura 3. Informe de ingeniería Agilent SimDis que muestra la curva de rendimiento del punto de ebullición y los resultados del análisis de RGO en la columna 1.

Tabla 3. Resultados del RGO en todas las columnas D2887B.

% Desactivado	Ref	Permitido	Columna 1		Columna 2		Columna 3	
	Temperatura °C	Dif °C	Temperatura °C	Dif °C	Temperatura °C	Dif °C	Temperatura °C	Dif °C
PEI (0,5)	115	7,6	114	1,0	115	0,0	115	0,0
5	151	3,8	152	1,0	151	0,0	151	0,0
10	176	4,1	178	2,0	175	1,0	177	1,0
15	201	4,5	203	2,0	201	0,0	202	1,0
20	224	4,9	227	3,0	224	0,0	225	1,0
25	243		246	3,0	243	0,0	244	1,0
30	259	4,7	262	3,0	259	0,0	259	0,0
35	275		277	2,0	275	0,0	275	0,0
40	289	4,3	292	3,0	289	0,0	289	0,0
45	302		304	2,0	302	0,0	303	1,0
50	312	4,3	314	2,0	312	0,0	312	0,0
55	321	4,3	323	2,0	321	0,0	321	0,0
60	332	4,3	333	1,0	331	1,0	332	0,0
65	343	4,3	344	1,0	342	1,0	342	1,0
70	354	4,3	355	1,0	353	1,0	353	1,0
75	365	4,3	367	2,0	365	0,0	365	0,0
80	378	4,3	379	1,0	378	0,0	378	0,0
85	391	4,3	392	1,0	391	0,0	391	0,0
90	407	4,3	408	1,0	407	0,0	407	0,0
95	428	5	429	1,0	428	0,0	428	0,0
PEF (99,5)	475	11,8	472	3,0	474	1,0	473	2,0

Las Figuras 4, 5 y 6 muestran los cromatogramas de los tres destilados medios y los RGO obtenidos con las tres columnas. Los cromatogramas de la muestra son notablemente similares, aunque existen pequeñas diferencias en el perfil y en los tiempos de retención debido a las diferencias en las dimensiones de las columnas y las condiciones de funcionamiento (véase la Tabla 2). Los datos de los análisis de la muestra se procesaron con el software SimDis mediante los análisis de calibración de cada columna (Figuras 1 y 2). En la Tabla 4 se comparan los resultados obtenidos para las tres muestras de destilado medio. Las temperaturas obtenidas en todos los puntos de corte fueron casi idénticas en las tres columnas.

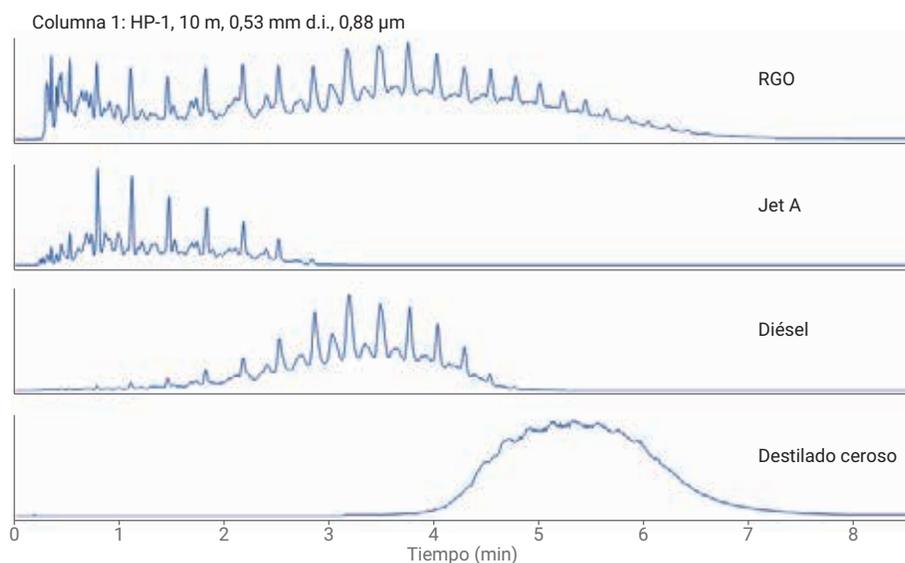


Figura 4. Análisis de muestras de RGO y tres destilados medios en la columna 1.

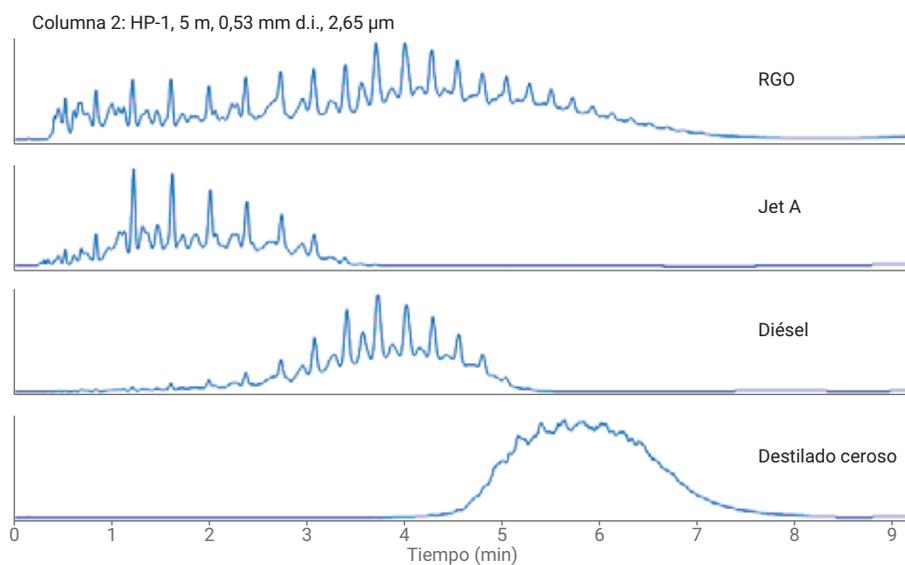


Figura 5. Análisis de muestras de RGO y tres destilados medios en la columna 2.

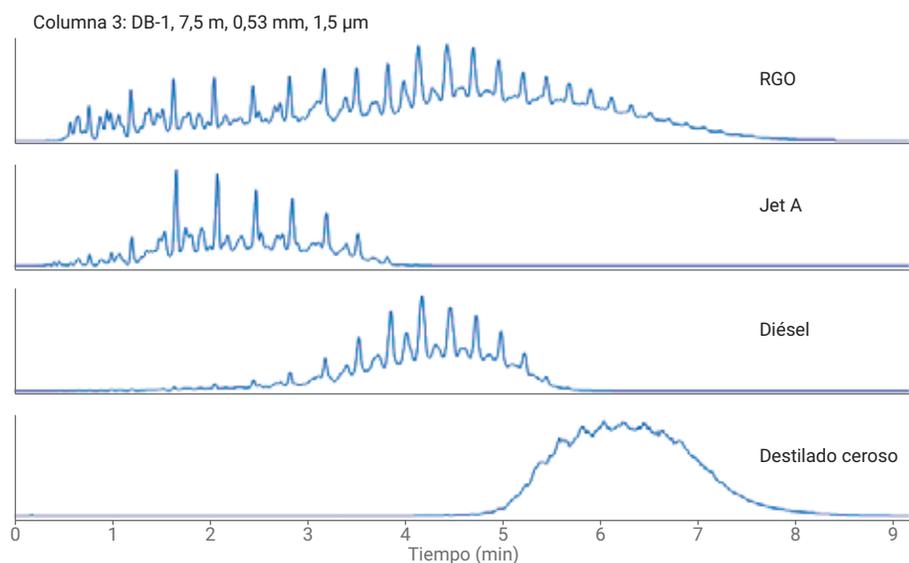


Figura 6. Análisis de muestras de RGO y tres destilados medios en la columna 3.

Tabla 4. Comparación de los resultados de tres muestras analizadas en tres columnas D2887B.

% Desactivado	Jet A			Diésel			Destilado ceroso		
	Columna 1	Columna 2	Columna 3	Columna 1	Columna 2	Columna 3	Columna 1	Columna 2	Columna 3
PEI (0,5)	103	104	103	156	152	157	333	336	336
5	145	145	146	230	229	231	363	361	362
10	162	162	163	253	252	254	371	369	370
15	169	169	170	267	266	267	377	375	376
20	175	175	176	274	273	275	382	380	382
25	180	180	181	283	282	283	387	385	387
30	186	186	188	288	288	289	392	390	392
35	193	193	194	295	294	295	396	395	397
40	197	197	198	299	299	300	401	399	401
45	202	202	203	304	303	305	405	404	406
50	209	209	210	307	306	308	409	408	410
55	216	216	217	313	312	314	414	413	415
60	219	219	221	318	317	319	418	417	419
65	227	227	228	321	320	322	423	421	424
70	233	233	235	327	326	328	428	426	428
75	237	237	238	332	331	333	433	431	433
80	246	246	247	337	337	339	438	437	439
85	253	253	254	344	344	345	444	443	445
90	261	260	262	350	350	351	452	451	452
95	271	271	272	358	358	359	465	464	465
PEF (99,5)	292	291	293	379	379	379	503	503	502

Conclusiones

Se demostró que el GC 8890 puede realizar con éxito un análisis de destilación simulada según el método acelerado ASTM D2887B con cualquiera de las tres columnas capilares especificadas. Se cumplieron con holgura las medidas de rendimiento de simetría de pico, resolución y verificación RGO en todas las configuraciones. El sistema GC 8890 proporcionó temperaturas de corte uniformes en tres muestras que representaban intervalos de ebullición dentro del ámbito de aplicación del ASTM D2887.

Referencia

1. ASTM D2887-16a, Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2016**, www.astm.org.

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Impreso en EE. UU., 6 de diciembre de 2018
5994-0548ES

