

多重衰减全反射红外光谱测定加氢渣油四组分方法的建立

李浩然 袁洪福

(石油化工科学研究院 北京 100083)

摘要 采用多重衰减全反射附件测定加氢渣油的红外光谱,讨论渣油组成的红外光谱信息,用偏最小二乘法(PLS)建立红外光谱测定渣油四组分的4个校正模型,该方法的测定结果与经典洗脱色谱法(EC)的结果吻合。与EC法相比,该方法具有快速、操作简单、不需分离、重复性好等优点。

关键字 红外光谱 偏最小二乘 渣油 多组分测定 ATR

前言

加氢渣油是催化裂化的原料之一,渣油中的多环芳香烃以及胶质和沥青质,这些组分易于吸附在催化裂化催化剂表面而生焦;而且渣油的组成、性质,对选择合理的原料配比,调整工艺条件,提高装置处理能力和产品质量提供依据。因此,建立快速、准确的渣油组分分析方法非常必要¹。

渣油组成极为复杂,难以测定其详细的化学组成,通常用四组分(SARA)和结构组成表示。所谓SARA组成即为烷烃(saturates)、芳烃(aromatics)、胶质(resins)和沥青质(asphaltenes);结构组成分析数据表示在分子中烷基、环烷基和芳香基的含量。常用的渣油SARA分析方法是经典洗脱色谱法(EC),是以氧化铝或硅胶等填料为固定相,用不同的几种有机溶剂进行梯度洗脱的液-固色谱法。结构族组成分析是采用核磁共振波谱、红外光谱、相对分子质量及元素组成结合的方法,得到渣油中各组分平均分子结构参数。EC法操作费时(10h/分析)、使用大量的有毒溶剂,对分析者和环境会造成极大的危害。为克服上述缺点,人们研究和建立了高效液相色谱法(HPLC),HPLC法具有分析速度快和分辨率高的优点,但难于获得定量校正因子的标样,存在着定量困难。1992年,石油化工科学研究院开发适用于重油烃族组分析的HPLC方法,该法通过HPLC将重质油分离得到饱和烃、芳烃、胶质和沥青质,使用改进的迁移丝式氦焰离子化检测器,对各烃族色谱峰进行面积归一定量,但仪器操作复杂,限制其广泛应用。同时也使用薄层色谱-氢火焰检测法(TCL/FID)进行大量研究工作,该法是将油样各族组分在一薄层色谱棒上通过溶剂展开后,取出薄层色谱棒,

将溶剂晾干后,用氢火焰扫描薄层色谱棒得到色谱图,通过对色谱图积分和校正处理得到渣油各族组分的含量,其中也遇到校正因子问题。质谱法(MS)是测定重质油烃族组成的一种标准方法,主要用于沸程范围在350~500的重油样品中链烷烃、各类环烷烃(一~六环)和七类芳烃的含量测定,但样品处理方法仍然是基于EC法。该方法应用时先将样品分离出饱和烃、芳烃、胶质和沥青质,然后再在质谱上分析测试并计算出各烃类的含量,质谱仪器昂贵和操作复杂对方法大量推广应用有一定限制。紫外光谱法(UV)将重质油的紫外光谱数据经过偏最小二乘数据处理后,与重质油的族组成数据相关联,得出相应的关联式,从而可由重质油的紫外光谱数据计算出重质油的族组成含量等^{2~5}。可以看出这些方法有的存在定量校正问题,有的所使用的设备很贵,导致这些方法未能在生产控制分析中推广应用,在生产和科研中现行SARA分析方法仍然为EC方法。但EC方法作为控制分析用途使用存在着困难,因此,生产中未能将其作为控制分析指标。如能建立操作简便和准确的SARA分析方法,将非常有利于重油轻质化装置(如催化裂化、焦化等)操作的优化控制。

近十几年来随计算机和化学计量学的快速发展,使得红外和近红外光谱分析技术有长足进展,该法具有速度快、重现性好、分析成本低、不破坏样品等特点,近年来,已被成功地应用于测定油品烃组成及性质参数,如汽油的辛烷值、蒸汽压、密度、馏程、苯含量和MTBE含量;喷气燃料的芳烃含量和冰点;柴油的十六烷值、闪点、馏程、芳烃含量等^{6~8}。褚小立对用近红外光谱测定渣油组成进行初探,近红外光谱测定渣油的饱和烃和芳烃含量的效果较好,近红外光谱中含有胶质和沥青质的信息相对较少,其

预测结果有较大偏差⁵; Narve Aske 等⁹用红外和近红外光谱分析了 18 种原油中的 SARA。油样经过 HPLC 分离为 SARA 各烃族组成,进而采集各烃族组成的 IR 和 NIR 谱图数据,采用主成分分析(PCA)和偏最小二乘(PLS)处理数据,并预测 SARA 各烃族组成,用 IR 技术预测结果的误差分别为 2.5%,2.2%,1.4%和 1.3%,用 NIR 技术预测结果的误差分别为 2.8%,2.4%,1.4%和 1.0%,结果的准确度与采用的参考方法(即 HPLC)相当。红外光谱法在渣油 SARA 组分测定方面的报道很少,由于渣油颜色很深,粘度高,采用透射光谱测量时,不易控制样品厚度,使红外或近红外光谱测量重现性差,从而影响定量分析精度。红外多重衰减全反射(ATR)光谱附件适合准确测量粘稠等物状样品光谱,为此,本文对采用 ATR 红外光谱和化学计量学建立快速测定渣油 SARA 组成的方法进行详细研究。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

NICOLET 560 型红外光谱仪;入射角为 45°的 ZnSe 晶体 ATR 附件;吸附柱,恒温水浴,真空干燥箱,100mL 锥形瓶,50mL 烧瓶;试剂:正庚烷(分析纯),石油醚(60~90),苯(分析纯),乙醇(分析纯),中性氧化铝。

1.2 样品来源及基础数据测定

270 个加氢渣油样品取自石油化工科学研究院第 17 室(即加氢工艺研究室),常温下呈粘稠状,流动性很差,为黑色。

使用 EC 方法测定其 SARA 组成:将 1~2g 加氢渣油用正庚烷溶解,放置 1h 后过滤,得正庚烷沥青质。将滤液倒入中性氧化铝色谱柱中,依次用石油醚、苯、苯乙醇溶液($V_{\text{苯}}/V_{\text{乙醇}} = 1/1$)、乙醇冲洗色谱柱,依次收集各馏分,干燥后称重。渣油样品各烃族组成含量变化范围分别为:饱和烃(32.0%~65.4%)、芳烃(23.4%~49.6%)、胶质(7.1%~21.5%)和沥青质(0.1%~2.5%)。

1.3 光谱的采集

将待分析的加氢渣油样品搅拌均匀后,用橡胶棒取出少量样品,将其均匀地涂在 ATR 附件上,使其覆盖晶体的全部。将涂样后的 ATR 放入红外光谱仪的测量室内进行扫描得红外光谱图。光谱测定范围:4000~650 cm^{-1} ;样品扫描次数:32 次;背景扫

描次数:32 次;仪器分辨率 4 cm^{-1} 。

1.4 ATR 光谱测量重复性实验

按照以下公式计算各波长的光谱标准偏差,进而得到标准偏差光谱。

$$s_i = \sqrt{\sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_i)^2 / (n-1)} \quad (1)$$

式中: s_i ——第 i 点的标准偏差;

y_{ij} ——第 i 点上样品重复测量中第 j 次测定值;

\bar{y}_i ——第 i 点测量值的平均值;

n ——重复测量次数。

1.5 定量校正

采用石油化工科学研究院编制的“化学计量学光谱分析软件”建立模型。用二阶微分等方法对光谱数据进行预处理,用偏最小二乘法(简称 PLS)将加氢渣油光谱数据与其 SARA 数据关联,用交互验证方法优选最佳主因子,建立定量校正模型。

1.6 模型评价参数

$$SEC = \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / (n-1)} \quad (2)$$

$$R = \sqrt{1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y}_i)^2}} \quad (3)$$

$$SEP = \sqrt{\sum_{i=1}^m (y_i - \hat{y}_i)^2 / (m-1)} \quad (4)$$

式中: SEC ——校正集样本标准偏差;

R ——校正集样本参考值与交互验证预测值相关系数;

SEP ——验证集样本标准偏差;

y_i ——校正集中第 i 个样本的参考值;

\hat{y}_i ——校正集中第 i 个样本的预测值;

\bar{y} ——校正集样本参考平均值;

n ——校正集样品数目;

m ——验证集样品数目。

2 结果与讨论

近红外光谱和红外光谱用于油品组成分析的报道较多,所用方法已为大家所熟悉,在此不作详细讨论。但是,由于渣油与汽油、柴油等在组成上与物性上有很大差别,用红外光谱方法测定渣油组成将会有许多异同之处。首先,加氢渣油渣油分子量相对轻质油品的较高,常温下呈黑色粘稠状态,使得渣油光谱测量比较困难;渣油的多环芳烃含量,胶质含量和沥青质含量都较高,即杂原子(氧,硫,氮等)含

量较高,与上述轻质油品只含烃类物质不同,故渣油的光谱将有明显的光谱特征,它们将对红外光谱测定 SARA 组成产生明显影响。因此,建立红外光谱测定渣油 SARA 组成的方法,应首先对渣油光谱测量方法和渣油光谱特征等进行研究,以下将对这些问题以及定量精确度进行详细讨论。

2.1 渣油的光谱测量

用中红外透射法测量液体样品光谱时,常用可拆卸液体池以及固定式液体池,液体槽的厚度基本都在 1mm 以下,最薄的甚至达到 0.015mm。加氢渣油颜色较深,应当选用比较薄的测量池。这种测量方式有以下缺点:(1)粘稠样品的注入与清洗不方便;(2)由于光程很短,测量池重复拆卸与安装操作容易引入光程误差。(3)测量池窗片材料通常为溴化钾等盐片,容易潮解和损坏。因此,测量池不适合测量渣油样品。幸运的是有红外多重衰减全反射(ATR)附件,可以将粘稠样品直接涂在该附件上进行光谱测量,样品的涂渍与清洗操作简单,且光程不变,可以克服测量池方法遇到的上述问题。

ATR 是利用光线由光密介质射入光疏介质,若入射角大于临界角时,光线将在界面上发生全反射现象的原理而制成的。但实际上光栅发生全反射现象时,光线要稍许穿入反射表面之下(穿透深度在 $5\mu\text{m}$ 以下)才反射回来。如果与光密介质(高折射指数的晶体)接触的光疏介质(低折射指数的样品)对光线有选择吸收时,则穿入反射表面之下的光线因被光疏介质吸收而减弱,从而全反射光在选择吸收波长处能量被衰减,所得反射光谱也具有吸收光谱的特点。

随机取 1 个渣油样品,涂渍到 ATR 附件上,每隔 5min 测量 1 张红外光谱,依次测量了 11 张光谱,计算其标准偏差光谱(见图 2),最大标准偏差为 0.083AU 位于 2923cm^{-1} ,与亚甲基 C-H 伸缩振动峰对应,导致在该区域出现较大的标准偏差峰的原因是甲基和亚甲基峰强度高,达约 7AU,光谱仪检测器在高吸收范围内存在着明显非线性响应问题。在其他谱区范围内,标准偏差均小于 0.01AU。随机取 1 个渣油样品,涂渍到 ATR 附件上测量 1 张光谱,然后将 ATR 清洗,再涂渍同一样品,重新测量 1 张光谱。采用这样方式依次共重复测量 11 张光谱,计算其标准偏差光谱(见图 2),除在 2923cm^{-1} 有较强峰外,最大标准偏差为 0.16AU 位于 2360cm^{-1} ,与二氧化碳 C=O 吸收峰对应,其原因是在做实验期间室

内二氧化碳浓度波动所引起的。在其他谱区范围内,标准偏差均小于 0.01AU。同一样本多次分别涂渍测量的光谱间的标准偏差表示由涂渍 ATR 操作引起的噪声。比较图 2 与图 1 可看出,多次涂渍单次测量光谱产生的噪声比单次涂渍多次测量光谱的大。根据 ATR 工作原理分析,这种现象产生的原因不是由于样品涂渍厚度差异所产生的,可能是每次 ATR 放置位置有微小的偏差所引起的,应提高附件放置位置精度,以降低这种噪声。

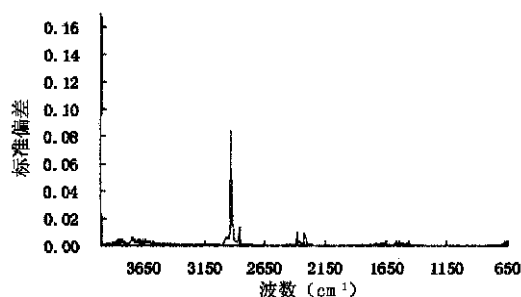


图 1 1 次涂渍 ATR 的重复测量光谱的标准偏差

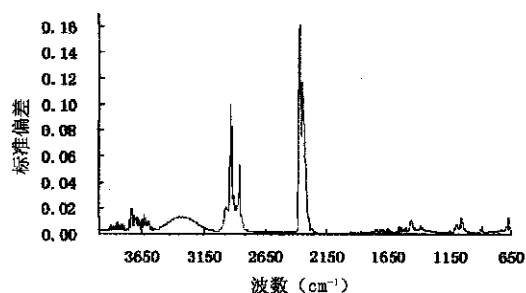


图 2 11 次涂渍 ATR 的重量测量光谱的标准偏差

2.2 光谱分析

重质油的四组分中,饱和分由烃类所组成,芳香分基本也属于烃类,但已混有一些含硫、氮的杂环化合物,而胶质和沥青质则完全由非烃化合物所组成。红外光谱的一个突出特点是每一功能基和化合物都具有其特异的光谱,其谱带的数目、频率、带形和强度均随化合物及其聚集态的不同而异,因此可以根据化合物的光谱找出化合物及其功能基。图 3(a) 为 11 个加氢渣油样品的红外光谱图,图中 1380cm^{-1} 、 1450cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 2900cm^{-1} 为饱和烃特征结构吸收峰, 750cm^{-1} 、 810cm^{-1} 、 860cm^{-1} 、 1280cm^{-1} 、 1620cm^{-1} 、 3050cm^{-1} 为芳烃特征吸收峰, 1030cm^{-1} 、 1650cm^{-1} 、 1700cm^{-1} 、 3400cm^{-1} 为杂原子基团的特征吸收峰-主要含氧、氮、硫杂原子吸收峰。

为了解红外光谱与组成含量之间的关系,以芳烃为例分析 7 个加氢渣油的光谱见图 3(b)。重质

油中芳烃部分光谱特征吸收峰主要集中在 $3100 \sim 3000\text{cm}^{-1}$ 、 $900 \sim 650\text{cm}^{-1}$ 和 $\sim 1620\text{cm}^{-1}$ 。其中 1606cm^{-1} 是芳烃中 $\text{C}=\text{C}$ 伸缩振动引起的,由图 3 (b)可以看出在这个区间内,7 条光谱每一点的吸光度由下而上依次升高的次序是相同的,芳烃的含量从下而上依次为 26.8%、27.8%、31.6%、37.7%、38%、42.6% 和 43.5%。在此区间光谱的吸光度随芳烃含量的增加而升高,与芳烃含量变化相对应。

分析对应于饱和烃的 1380cm^{-1} 和 1450cm^{-1} 特征峰,并没有发现如芳烃 1606cm^{-1} 峰随油样的芳烃含量呈明显规律的变化。这是由于对甲基和亚甲基含量贡献来自油样中所有的烷基功能团的总贡献,即包括来自饱和烃,芳烃,胶质等中的烷基功能团。由此,导致不同组分在 1380cm^{-1} 和 1450cm^{-1} 光谱信息产生一定的交叠,对于定量分析将产生响应的干扰。

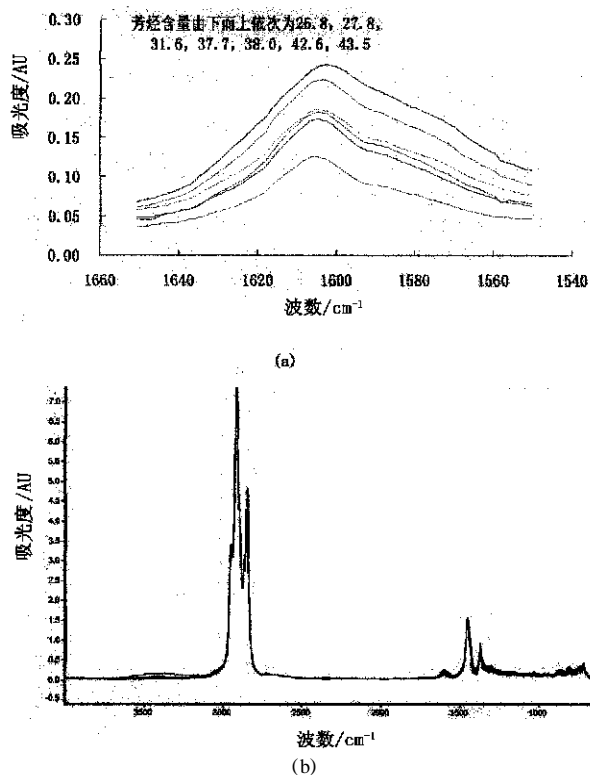


图 3 加氢渣油红外光谱

分析图 3(a)可知, 2850cm^{-1} 、 2900cm^{-1} 为饱和烃特征结构吸收峰,最大值已经超过 7AU,导致如图 1 和图 2 中较大标准偏差峰出现,将不适合作为定量分析信息使用。在 3200cm^{-1} 至 3600cm^{-1} 区间不同样品光谱之间有明显变动,主要产生于渣油中非烃化合物的贡献。在 1650cm^{-1} 至 690cm^{-1} 区间,不同样品光谱有明显变化,且光谱响应范围均处于检测器的线性范围内,因此,该光谱区间将适合作为定

量分析的信息。

2.3 校正

2.3.1 光谱预处理 表 1 比较不同光谱处理方法对饱和烃校正结果的影响,其中二阶微分效果最好。

表 1 光谱预处理方法比较

	原始光谱	一阶微分光谱	二阶微分光谱
主因子数	6	7	5
R^2	0.9538	0.9625	0.9760
SEC/ %	1.63	1.61	1.58

图 4 为 198 个加氢渣油样品的二阶微分红外光谱与其饱和烃含量的相关图,可以看出: $2000 \sim 690\text{cm}^{-1}$ 和 $3000 \sim 2800\text{cm}^{-1}$ 区间的相关系数较大。在 $3000 \sim 2800\text{cm}^{-1}$ 区间,ATR 的光谱测量误差较大,且光谱强度都明显高于 6AU,存在着非线性光谱响应问题。因此,推荐选择 $690 \sim 2000\text{cm}^{-1}$ 区间光谱变量建模。

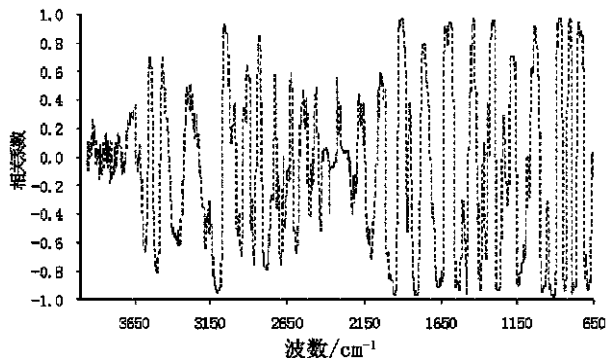


图 4 二阶微分红外光谱与饱和烃相关图

2.3.2 校正 在确定光谱预处理方法和选定波长范围内,采用 HLS 回归通过交互验证的 PRESS 与主因子数的关系图确定最佳主因子并建立校正模型。图 5 为渣油饱和烃的 PRESS 值随主因子数的变化曲线中可知,饱和烃的主因子数为 5。根据确定的主因子数建立定量校正模型。交互验证结果的相关曲线见图 6。红外光谱法所得标准偏差 (SEC) 1.58% 小于标准方法小于 2% 的要求,红外 ATR - HLS 交互验证结果与 EC 法测定结果吻合。对芳烃、胶质和沥青质按与饱和烃类似的方法建立校正模型,有关参数(见表 2)。

表 2 加氢渣油 SARA 定量校正模型的有关参数

组成	样品数	取值范围 / %	光谱范围 / cm^{-1}	主因子数	标准偏差 / %SEC	相关系数
饱和烃	198	32.0 ~ 65.7	690 ~ 2000	5	1.5816	0.9760
芳烃	200	25.5 ~ 49.6	1386 ~ 1988	8	1.4522	0.9586
胶质	187	7.1 ~ 21.5	694 ~ 1639	12	0.7655	0.9864
沥青质	186	0.1 ~ 2.5	746 ~ 1978	10	0.1716	0.9422

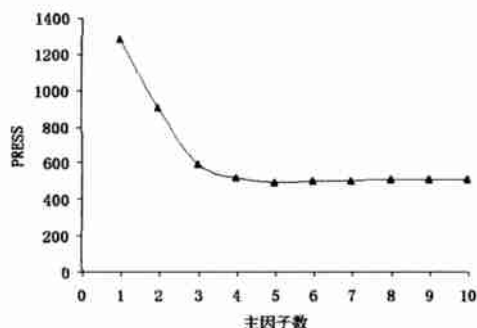


图5 预测残差平方和与因子数的关系

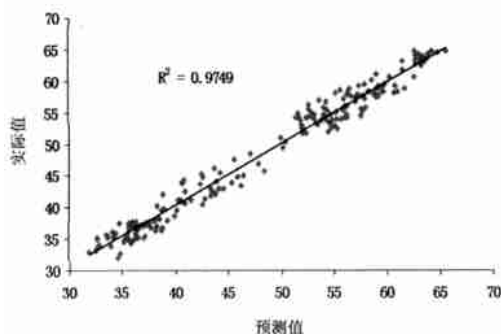


图6 红外光谱法与 EC 法饱和烃测定结果的相关图

2.3.3 重复性 为检验红外光谱法的精密度,进行红外光谱重复实验。表3列出多次测定结果及标准偏差,从表3中可以看出,IR-PLS方法具有较好的重复性。

表3 红外重复性试验

次数	饱和烃/ %	芳烃/ %	胶质/ %	沥青质/ %
1	35.6	41.6	13.7	1.9
2	35.6	41.4	13.7	1.9
3	35.3	41.3	13.3	1.9
4	35.5	41.2	14.2	1.9
5	35.8	41.5	13.6	1.9
6	35.5	41	13.6	1.9
7	35.8	40.9	14.1	1.9
8	35.2	41	13.9	1.8
9	35.4	40.8	14.1	1.8
10	35.8	41.2	14.5	1.9
11	35.4	41.5	13.7	1.9
平均值	35.5	41.2	13.9	1.9
标准偏差	0.2	0.3	0.3	0.04

2.3.4 验证 为验证 IR-PLS 方法的准确性,用建立的定量校正模型测定了 60 个未知样品的 SARA 组成结果,并与标准方法结果进行比较,SARA 四组分预测标准偏差(SEP)分别为 1.5(S)、1.3(A)、1.0(R)和 0.4%(A)。即 SEP 均不大于标准方法所规定误差要求,说明两种方法结果一致。

3 下步工作

上述工作表明,ATR 红外光谱结合化学计量学方法可有效地解决加氢渣油的 SARA 组成快速分析。该方法可扩展到常、减压渣油的 SARA 分析,但用于减压渣油光谱测量中,由于许多减压渣油在常温下呈固态,可能会遇到熔样和控温问题,需要做进一步研究。但对于目前多产烯烃裂化工艺的重质原料,仅 SARA 组成信息还远不能满足工艺操作控制的需要,需要更详细的组成如链烷烃、环烷,各环芳烃等信息。本文所建立 ATR 红外光谱分析方法将有可能扩展到重质油品的详细组成分析。

4 结论

渣油粘稠且颜色深,使用液体测量光谱存在着注样和清洗不方便以及难于控制光程的困难,不适合作定量分析。选择 ATR 附件有效地解决了渣油光谱测量问题。

2850 cm^{-1} 、2900 cm^{-1} 饱和烃特征吸收峰因非线性响应而不适合作为定量分析信息使用。用于加氢渣油定量分析的最好光谱区间为 2000 至 690 cm^{-1} 。

采用 PLS 建立测定加氢渣油四组分的 4 个模型,SARA 四组分预测标准偏差分别为 1.5(S)、1.3(A)、1.0(R)和 0.4%(A),均小于 EC 法(2%)的要求。

新方法具有用样量少、不需分离、分析速度快、操作简单、重复性好等特点,作为生产控制分析用途,可替代 EC 法测加氢渣油 SARA 组分。

今后应将继续收集样本,扩大加氢渣油模型适用范围。

参考文献

- 1 梁文杰. 重质油化学. 北京:石油工业出版社,2000
- 2 杨翠定. 石油化工分析方法. 北京:科学出版社,1989
- 3 袁洪福. 石油化工科学院博士论文,1996
- 4 林燕生等. 石油炼制,1990,4:26
- 5 褚小立. 硕士论文,UV 测渣油 SARA 四组分
- 6 Lang G A. Hydro Proess,1994,73(10):69
- 7 Lysaght M L. Fuel,1993,72(5):623
- 8 徐广通,陆婉珍,袁洪福等. 石油炼制与化工,1999,30(9):57~61
- 9 Narve Aske,, Harald Kallevik, and Johan Sjoblom, Energy & Fuels 2001, 15:1304~1312

- 5 Tan K, NLS Reports. 1995 , B ~ 40
- 6 Schomaker V , March R E. Some comments on refinement in a space group of unnecessarily low symmetry. *Acta Cryst* , 1979 , B35 :1933 ~ 1934
- 7 Kassner D , Baur W H , Joswig W , et al. A Test of the importance of weak reflections in resolving a space - group ambiguity involving the presence or absence of an inversion centre , *Acta Cryst* , 1993 ,B49 :646 ~ 654
- 8 Murata K , Mitsuoka K , Hirai T , et al. Structural determinants of water permeation through aquaporin - 1. *Nature* , 2000 ,407 (6804) :599 ~ 605
- 9 Fu D , Lobson A , Mierke L J , et al. Structure of a glycerol - conducting and the basis for its selectivity. *Science* , 2000 , 290 (5491) :481 ~ 486
- 10 Doyle D. Cabral J. Pfuetzner R , et al. The structure of the potassium channel : molecular basis of K⁺ conduction and selectivity. *Science* ,1998 ,280(5360) :69 ~ 77
- 11 Jiang Y , Lee A , Chen J , et al. Crystal structure and mechanism of a calcium - gated potassium channel. *Nature* 2002 ,417 (6888) :515 ~ 522
- 12 Jiang Y , Lee A , Chen J , et al. The open pore conformation of potassium channels. *Nature* , 2002 , 417(6888) :523 ~ 526
- 13 Deisenhofer J , Epp O , Miki K , et al. Structure of the protein subunits in the photosynthetic reaction centre of rhodospirillum rubrum at 3Å resolution. *Nature* , 1985 ,318 :618 ~ 624
- 14 Zhenfeng Liu , Hanchi Yan , Kebin Wang , et al. Crystal structure of spinach major light - harvesting complex at 2.72 Å resolution. *Nature* , 2004 ,428(6980) :287 ~ 292
- 15 Tsukihara T , Aoyama H , Yamashita E , et al. The whole structure of the 13 - subunit oxidized cytochrome c oxidase at 2.8Å. *Science* ,1996 ,272(5262) :1136 ~ 1144
- 16 Abrahams JP , Leslie AG , Lutter R , et al. Structure at 2.8Å. resolution of F₁ - ATPase from bovine heart mitochondria. *Nature* ,1994 ,370 :621 ~ 628
- 17 Lambright DG , Sondek J , Bohm A , et al. The 2.0Å crystal structure of a heterotrimeric Gprotein. *Nature* , 1996 ,379 :311 ~ 319
- 18 Tesmer JJ G , Sunahara RK , Gilman AG , et al. Crystal structure of the catalytic domains of adenylyl cyclase in a complex with G_s GTP. *Science* , 1997 , 278(5435) :1907 ~ 1916
- 19 Geiger JH , Hahn S , Lee S , et al. Crystal structure of the yeast TFIIA/ TBP/ DNA complex. *Science* , 1996 , 272 (5263) :830 ~ 836
- 20 Structural Genomics , Inc. Crystal structure of SARA coronavirus protease determined using department of Energy 's advanced photon source. *APS news* , 2003 ,7
- 21 Haitao Yang , Maojun Yang , Yi Ding , et al. The crystal structures of severe acute respiratory syndrome virus main protease and its complex with an inhibitor. *PNAS*. 2003 ,100 (23) : 13190 ~ 13195

Application of synchrotron radiation in biomolecular structural studies

Yang Ruiying¹ Liu Peng²

(1. Laboratory of Nuclear Analytical Techniques , Institute of High Energy Physics , Chinese Academy of Sciences , Beijing 100039)

(2. National Laboratory of Synchrotron Radiation , Institute of High Energy Physics , Chinese Academy of Sciences , Beijing 100039)

Abstract This paper briefly introduced the features of synchrotron radiation X - ray diffraction technique and its application in the studies of biomolecular structure.

Key words Synchrotron radiation X-ray diffraction Protein structure

(下接第 17 页)

Determination of SARA composition for hydrogenated residues using attenuated total reflectance infrared spectroscopy

Li Haoran Yuan Hongfu

(Research Institute of Petroleum Processing , Beijing , China 100083)

Abstract The calibration models of SARA (saturates , aromatics , resins and asphaltines) in residues have been established using attenuated total reflectance (ATR) Infrared spectroscopy combined with partial least squares (PLS). The results obtained by this method are agreement with those determined by elution - adsorption chromatography (EC). Compared with EC , this method is provided with advantages such as high - speed , simplicity , and good repeatability.

Key words Infrared spectroscopy Partial least squares Residues Multivariate analysis