

碳分子筛在煤气工业色谱分析中的应用

宋国栋 姜正万

(吉林化学工业公司化肥厂中心试验室)

1982年以前,我厂 CX-2A 型工业色谱仪上,按照原设计安装着三根色谱柱:5A 型分子筛柱、活性炭柱和硅胶柱。利用它们互相配合,经过十六通阀切换来完成煤气中各组分的分离。使用上述色谱柱虽然能够将煤气中的各组分分离出来,但是对工业色谱来说,两个关键性的问题仍然没有得到解决:一是色谱柱的稳定性差,二是柱寿命短。由于 5A 型分子筛在常温下永久性吸附 CO_2 、 H_2O 和 CH_4 以外的各种有机化合物,因而这种柱在使用时其性能总是处在变化过程之中,各组分的峰高和分离度常常发生变化,给定量工作带来了很大的困难。分析人员需要经常进行标定工作,并且 2 个月左右就需要更换一次色谱柱。

为了从根本上解决以上两个长期以来未能解决的难题,对于煤气全分析的固定相进行了选择,对多种煤气全分析的流程进行了研究和比较,最后将 2 根长度不同的碳分子筛柱安装在流程经过改进的 CX-2A 型工业色谱仪上,使上述两个难题得到了圆满的解决。

(1) 柱寿命:已经使用将近 4 年,看不出分离度的变化,仍在继续使用。

(2) 进样次数:仪器昼夜连续运转,已进样 27 万次以上。

(3) 柱的稳定性:每半个月左右标定一次,各组分的校正因子几乎没有变化,给仪器长期稳定运转奠定了良好的基础。

实验部分

(一) 实验条件

仪器: CX-2A 型工业色谱仪(流程经过改进);

检测器: 热导池检测器;

记录器: 10mV 自动平衡记录仪;

色谱柱: 由 2 根碳分子筛柱进行组合。柱 1 为长 0.4 米,内径 3 毫米,内装 60~80 目碳分子筛;柱 2 为长 3.5 米,内径 3 毫米,内装 60~80 目碳分子

筛;

桥路电流: 200mA;

载气(H_2)流速: 75 毫升/分;

柱温: 80℃。

(二) 流程图和色谱图

1. 煤气样品分析流程图见图 1。

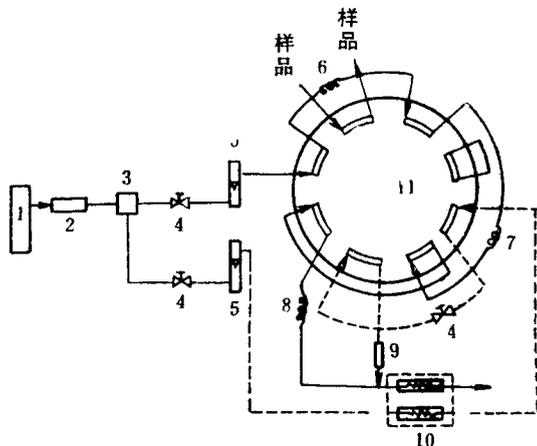


图 1 CX-2A 型工业色谱仪煤气样品分析流程图

1. H_2 气发生器, 2. 净化器, 3. 三通阀, 4. 载气调节阀,
5. 流量计, 6. 定量管, 7. 柱 1, 8. 柱 2, 9. 气阻,
10. 热导池, 11. 十六通阀。

2. 煤气样品色谱图

在上述试验条件下,样品经过流程 1 以后各组分得到分离,见图 2。

3. 切换

本试验中切换过程极为简单。按照流程 1, 自动进样后 1 分 10 秒左右(由 CH_4 出峰情况决定),十六通阀自动换向直到各组分的色谱峰全部出完。这时定量柱已得到充分置换,十六通阀已恢复到起始位置,为下一次分析作好了准备。

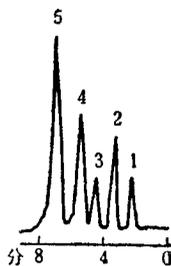


图 2 造气车间煤气色谱图

1. CH_4 , 2. CO_2 , 3. O_2
4. N_2 , 5. CO ,

(三) 定量方法

合成氨厂的煤气主要有 O_2 、 N_2 、 CH_4 、 CO_2 、 CO 、 H_2 六种气体组成。本试验中 H_2 为载气不出峰。 H_2 气的含量用差减法求出。其余 5 种气体均用峰高定量。使用衰减器将各组分的峰高在专用刻度尺上换算成百分含量。当色谱峰出完后可由峰高直接读出各组分的百分含量，简便实用。

注意事项：

1. 在装柱前碳分子筛应于 $180^\circ C$ 活化 3~4 小

时，以提高色谱柱的分离效率。

2. 应使三通阀后边两路载气的流速基本相等，以免十六通阀换向时基线产生严重的波动。

参 考 文 献

- (1) W.R苏皮纳著，詹宜兴译，《气相色谱填充柱》，湖南科学技术出版社，长沙，1981。
- (2) 宋国栋等，分析化学，10(10)，636(1982)。
(收稿日期：1985年4月12日)

用于改装填充柱气相色谱仪的通用毛细管柱装置

彤代新 梁作成 徐方宝

(中国科学院大连化学物理研究所 406 组)

毛细管柱色谱法近年来在我国许多部门已得到应用，发展十分迅速。然而，其应用普及程度与国外相比仍有较大差距。原因之一是国内大量使用的老型号气相色谱仪大都不具备毛细管柱色谱系统。令人欣慰的是此类仪器的绝大多数只要稍加改装，就可以使用毛细管柱进行分析(1)。这种改装费用很低，而且很简便。第一次使用毛细管柱的分析工作者在自己熟悉的仪器上操作，有利于掌握毛细管柱的操作技术。为了推广毛细管柱技术，我们针对 305 型、2308 型、102 型、103 型和 501 型等气相色谱仪，研制了相应的毛细管柱附加装置，已向全国许多单位提供了数十套这种通用装置，使用者反映良好。图 1 是两个应用实例，可以看出改装后的色谱仪基本接近国产商品毛细管柱色谱仪的性能，有的性能，如耐高温性要优于商品仪器。有些单位已用这种方法解决了生产和科研中亟待解决的分析问题(2)。

图 1 是两个应用实例，可以看出改装后的色谱仪基本接近国产商品毛细管柱色谱仪的性能，有的性能，如耐高温性要优于商品仪器。有些单位已用这种方法解决了生产和科研中亟待解决的分析问题(2)。

结构多样的分流器

根据各类气相色谱仪的进样器，我们设计了三种类型的分流器。第一类有 103 型和 2308 型分流器，由于原进样器体积较大，它们的分流器可以用较粗的管径，其中内衬玻璃管，使用时还可在玻璃管中装玻璃毛和玻璃球，以利于样品的充分汽化。这类分流器较适合要求进样量大的分析(3,4)。102 型和 501 型是第二种类型的分流器，它们的汽化室是一段不锈钢管，由于进样和检测死体积较小，这类仪器改装后容易得到较高的柱效。再就是 2305 型分流器，由于仪器的特殊布局，不能改装汽化室，分流器直接接在原接头上，仍用原汽化室进行样品汽化。在这些分流器上连接毛细管柱时，柱子不要求插得很深，这就减少了折断的可能性。

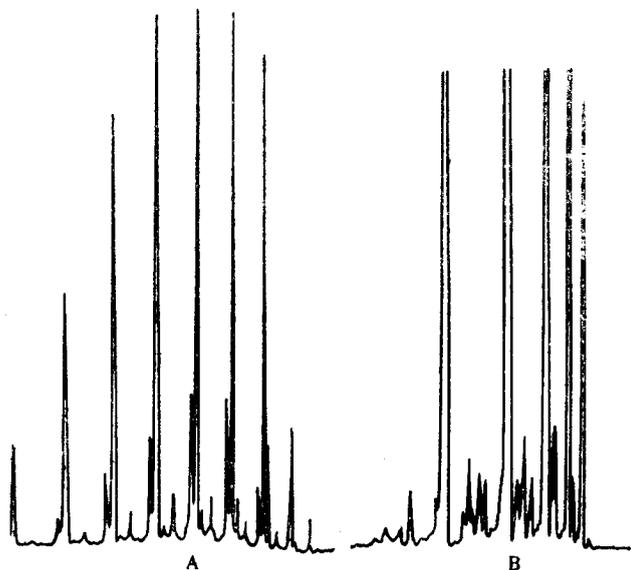


图 1A 改装的 2305 型色谱仪分离 $C_{11}-C_{13}$ 叔胺 图 1B 改装的 501 型色谱仪分离 C_8-C_9 醇