

表 2 ××井不同柱型对比数据表

柱型	碳数		含量													
	C <sub>13</sub>	C <sub>14</sub>	C <sub>15</sub>	C <sub>16</sub>	C <sub>17</sub>	C <sub>18</sub>	C <sub>19</sub>	C <sub>20</sub>	C <sub>21</sub>	C <sub>22</sub>	C <sub>23</sub>	C <sub>24</sub>	C <sub>25</sub>	C <sub>26</sub>		
填充柱	0.49	2.71	5.10	6.23	6.66	6.48	7.18	6.62	6.81	6.58	6.82	5.49	5.34	4.22		
毛细柱(不分流)	—	2.5	4.75	5.73	6.29	6.39	6.64	7.21	6.84	6.96	7.15	6.37	5.50	4.30		
毛细柱(分流)	0.62	3.14	5.73	6.99	7.53	7.08	7.36	7.2	7.24	6.91	7.30	5.83	5.34	4.13		

柱型	碳数		含量													
	C <sub>27</sub>	C <sub>28</sub>	C <sub>29</sub>	C <sub>30</sub>	C <sub>31</sub>	C <sub>32</sub>	C <sub>33</sub>	C <sub>34</sub>	C <sub>35</sub>	C <sub>36</sub>	C <sub>37</sub>	C <sub>38</sub>	C <sub>39</sub>	C <sub>40</sub>		
填充柱	4.5	3.41	3.13	2.63	2.30	1.83	1.55	1.3	1.01	0.77	0.55	0.37	0.24	0.13		
毛细柱(不分流)	4.76	3.79	2.81	2.92	1.98	1.92	1.28	1.43	0.87	0.8	0.39	0.22	0.19	—		
毛细柱(分流)	3.82	3.9	2.76	2.9	1.85	1.46	1.7	0.64	0.38	0.27	0.17	0.10	0.08	—		

更为有利。

(五) 这次试验是串接两根 5 米柱进行的, 其中难分离的 C<sub>i</sub> 与姥鲛烷分离度大于 1, 分离效能基本上满足了正烷烃的分析。

参 考 文 献

- [1] 武杰等, 全国第二届毛细管色谱报告会文集, 兰州, P.157, 1984.
- [2] 武杰等, 色谱, 6(6), 349(1988).
- [3] 吴烈钧等, 第六次全国色谱学术报告会文集, 上海, P.105, 1987.

(收稿日期: 1988年1月24日)

Application of Large Bore and Thick Liquid Film Column to Analysis of Normal Paraffin Hydrocarbons  
Fu Hong, Qian Ling and Xi Yali, Institute of Exploration and Development, Daqing Petroleum Administrative Bureau, 163712

The direct method without the sample splitting flow can be efficiently operated at a lower pressure on the column head, and make high-boiling compounds to be easily chromatographed. The method can quantify high or low-boiling compounds, and the results are similar to those of the packed column.

## 高浓度 CO<sub>2</sub> 快速气相色谱分析

宋国栋 杜凤学

(吉化公司化肥厂中心试验室, 132021)

高浓度 (>98%) CO<sub>2</sub> 是生产尿素、纯碱、干冰和灭火器的原料, 对其浓度的分析目前国内外大多数采用碱液吸收法, 由于此方法使用高浓度碱液, 操作不安全, 麻烦费时, 且不能分析水含量。我们经过多次试验, 建立了快速气相色谱分析法。分析时间 4 分钟, 分析 CO<sub>2</sub> 浓度范围为 98.00%~99.95%。

### 实 验 部 分

#### (一) 试验条件

仪器: 日本岛津 GC-9A 气相色谱仪; 微机: 日本岛津 C-R2AX 微机及 CRT 显示器; 色谱柱(1): 长 0.4m, 内径 3mm 不锈钢柱, 内装 60~80 目 TDX-02; 柱温: 60℃; 汽化温度: 100℃; 检测温度:

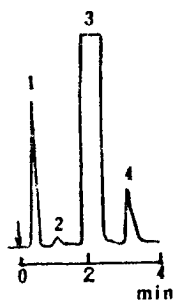


图 1 CO<sub>2</sub> 样品色谱图  
1. 混合峰(O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO),  
2. 甲烷(CH<sub>4</sub>),  
3. 二氧化碳(CO<sub>2</sub>),  
4. 水(H<sub>2</sub>O).

100℃; 桥流: 120mA; 检测器: TCD; 进样量: 1ml; 载气(H<sub>2</sub>); 流速: 40ml/min.

在上述试验条件下得色谱图如图 1。

#### (二) 定量方法和结果计算(2)

1. 定量方法的确定 由于 CO<sub>2</sub> 浓度较高, 不

宜采用外标和内标法定量。CO<sub>2</sub>中含有H<sub>2</sub>，而以H<sub>2</sub>作载气时样品中H<sub>2</sub>不出峰，所以不能直接用修正面积归一化法定量，而应先扣除H<sub>2</sub>含量，最后我们采用方法45（带比例因子的修正面积归一化法）进行定量，整个定量计算过程都是由C-R2AX微机来完成的。

2. 各组分定量校正因子的确定 采用方法45定量，首先应在文献(3)上查出各组分的校正因子F值（表1），然后才能进行定量计算。由于混合峰中含有O<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、CO三种成分，F值无法确定，所以我们用2m长的TDX柱将混合峰进行分离（图2）。由图可见混合峰中主要成份是N<sub>2</sub>，O<sub>2</sub>含量很低(<0.03%)，而FN<sub>2</sub>=2.38，FCO=2.38，FO<sub>2</sub>=2.50，所以将FN<sub>2</sub>作混合峰的校正因子，对O<sub>2</sub>含量分析结果的影响<0.01%，可以略去不计。

表1 各组分F值和t<sub>R</sub>

组 分	混合峰	CH <sub>4</sub>	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O
F值	2.38	2.80	2.08	3.03
t <sub>R</sub> (min)	0.19	0.71	1.22	2.87

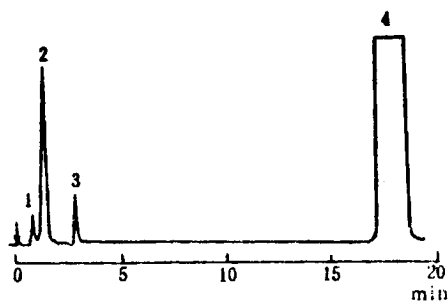


图2 混合峰的分离  
1. O<sub>2</sub>, 2. N<sub>2</sub>, 3. CO, 4. CO<sub>2</sub>

3. 样品分析 由微机求出各组分的保留时间t<sub>R</sub>（表1），根据t<sub>R</sub>和F值在微机上排ID表。分析方法改为45，“样品量输入99.60”\*然后进样品进行分析，当色谱峰出完后，微机即可自动计算并打印出分析结果（表2）。

\* 以N<sub>2</sub>为载气，测出样品中H<sub>2</sub>含量的平均值为0.40%，扣除H<sub>2</sub>含量后，本方法只能以99.60%归一。

表2 分析结果表

组 分	混合峰	CH <sub>4</sub>	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O
含量(V%)	0.367	0.005	98.428	0.799

### (三) 精密度试验

同一个样品在相同色谱条件下分析七次，由C-R2AX微机用BASIC程序求出标准偏差(s)和变异系数(CV%)。从表3中可见，CO<sub>2</sub>的变异系数

表3 精密度表

组 分	平均值( $\bar{x}$ )	标准偏差(s)	变异系数(CV%)
混合峰	0.3516	0.0128	3.6323
CH <sub>4</sub>	0.0052	0.0001	2.0856
CO <sub>2</sub>	98.4548	0.0211	0.0215
H <sub>2</sub> O	0.7886	0.0243	3.0830

只有0.022%，精密度较高。

## 讨 论

(一) 进样时应快取快进，否则空气使O<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>分析结果偏高。

(二) 本方法能将H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>O与CO<sub>2</sub>主峰完全分离，能测出水份含量，与碱液吸收法相比结果更为准确。

## 参 考 文 献

- (1) 宋国栋等，分析化学，10(10),636(1982).
- (2) Shimadzu, Chromatopac C-R2AX Instruction Manual, P.149.
- (3) 孙传经著，《气相色谱分析原理与技术》，化学工业出版社，北京，P.434,1979.

(收稿日期：1938年11月1日)

Rapid Analysis of High Concentration CO<sub>2</sub> by Gas Chromatography Song Guoding and Du Fengxue, Chemical Fertilizer Manufacturer of Jilin Chemical Industry Corporation, The City of Jilin, 132021

In the present paper a rapid gas chromatographic method completed within 4min was established to replace the conventional alkali absorption method for the analysis of high concentration (>93%)CO<sub>2</sub>.