

二氧化碳还原产物气体分析系统方案原理介绍

譙应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 采用自动十通阀一次切换的方法, 实现对二氧化碳还原实验样品中微量氢气、氧气、氮气、甲烷、一氧化碳、乙烷、乙烯的定量的分析系统原理介绍。

关键词: 二氧化碳还原;定量分析

1 方案介绍

本系统使 Shimadzu 公司的 GC-2014 型气相色谱仪, 配置有三个检测器——两个 FID 检测器和一个 TCD 检测器——和三根色谱柱 PC1、C1、C2。通过十通阀 V1 在合适的时间切换状态, 实现三根色谱柱的不同组合, 实现样品分离。系统原理如图 1 所示:

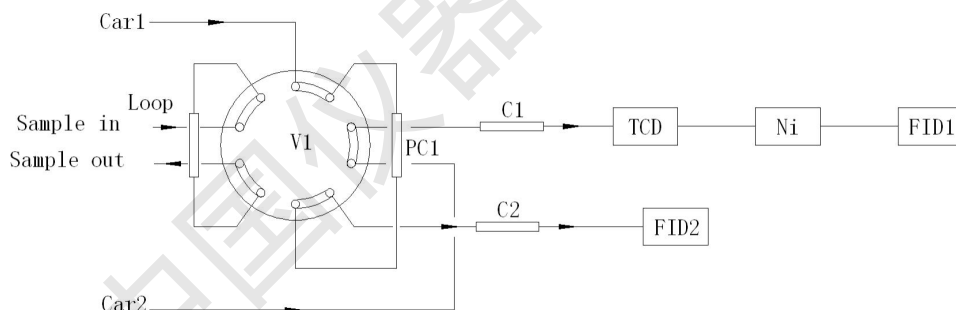


图 1 系统原理图

参照 <https://bbs.instrument.com.cn/topic/7866429> 的六通阀系统, 两者差异主要在于本系统具有定量环, 本系统适合连接连续式气源进样。如果系统前端的微反应装置体积较小, 每次只能获取较少体积的样品, 建议采用六通阀系统; 如果微反应装置可以提供连续不断的样品气流, 那么就可以采用本系统。

2 系统工作过程

2.1 进样

色谱系统需要采集数据的时候，控制十通阀旋转 36°，此时系统状态如图 2 所示，样品此时经由十通阀进入预分离柱 PC1，样品中的微量氢气、氧气、氮气和甲烷在 PC1 柱上不能完全分离，作为合峰进入 C1 色谱柱。样品流经的通路为“sample in——Loop——PC1 色谱柱——C1 色谱柱——TCD 检测器——镍转化器——FID1 检测器”。

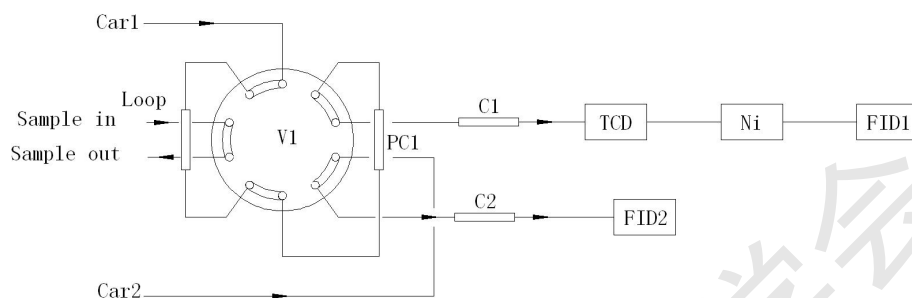


图 2 系统进样状态

样品中各个组分在 PC1 柱内的分布情况，如图 3 所示：

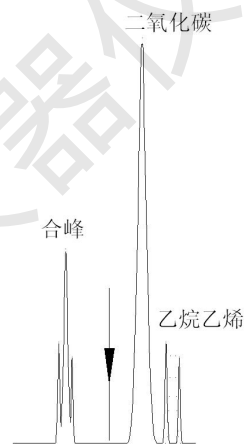


图 3 预分离色谱柱内样品的分布状态

合峰中的所有组分进入色谱柱 C1 后可以得到分离，出峰顺序为氢气、氧气、氮气、甲烷、一氧化碳。

样品中的微量氢气、氧气、氮气在 TCD 检测器被检测到，微量的甲烷、一氧化碳经由镍转化器（一氧化碳通过镍转化器之后生成可以被 FID1 检测的甲烷），在 FID2 检测器出峰。

2.2 反吹切换

当合峰组分全部进入 C1 色谱柱后，如图 3 箭头所示的时间点，色谱系统控制十通阀旋转进行色谱柱切换，系统流路变为图 1 所示的状态。

样品流经的通路为“Car1——PC1 色谱柱——C2 色谱柱——FID2 检测器”。

此时 PC1 中的载气流量发生倒转，二氧化碳、乙烷、乙烯作为合峰进入色谱柱 C2，在 C2 中三个组分可以实现分离，从色谱柱 C2 流出后进入 FID2 检测器，乙烯、乙烷出峰。

同时系统完成复位，PC1 色谱柱内的较重组分被反吹掉，等待下次进样。

中国仪器仪表学会