

# 化工系统排放空气中的微量氢气、氧气、丙烯腈的 气相色谱分析方案

譙应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250014)

**摘要:** 采用常见的十通进样反吹方法, 分析某化工企业工艺废气中的微量氢气、氧气和微量丙烯腈。

**关键词:** 气相色谱; 工艺废气

某化工企业的分析要求: 某合成工段排放废气(含量样品基质为空气, 进样前处于常温常压状态, 个目标组分含量大约数百 ppm 左右)中的氢气、氧气和微量的丙烯腈。

## 1 方案介绍

首先选用 Shimadzu 公司的 GC-2014C 气相色谱仪, 安装有 TCD 检测器, 以氦气作为载气, 可以定量样品中的氢气、氧气和氮气(浓度范围为数百 ppm 左右)。色谱仪另外安装有 FID 检测器, 用以分析样品中的微量丙烯腈(浓度范围为 10ppm 左右)。

其次为色谱柱选择: 为实现分离氢气、氧气、氮气的目的, 一般会选用分子筛色谱柱。丙烯腈(样品中可能还有其他杂质, 如水)的分离采用了有机担体固定相。

单独测试有机担体色谱柱, 丙烯腈色谱峰形较为理想, 理论塔板数和不对称因子实验效果较好。

阀系统的设计: 鉴于分子筛柱会吸附微量丙烯腈, 长时间使用会造成色谱柱分离性能下降, 于是采用了经典的十通阀进样反吹的方案。

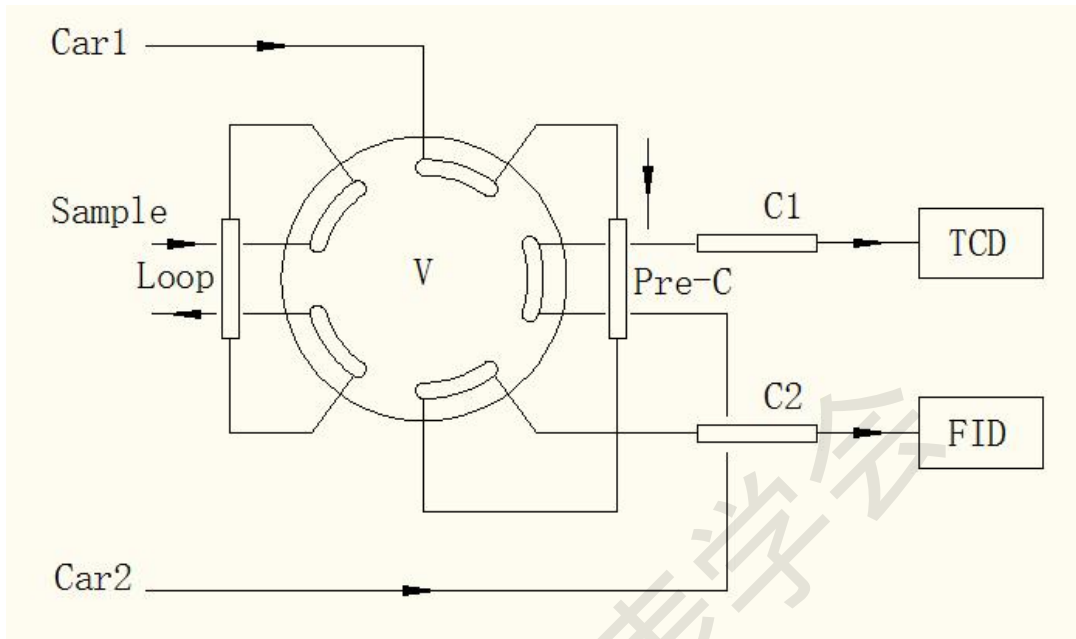
样品在预柱上分离进行预分离, 将氢氧氮和丙烯腈分离成为两组。预柱后面串联分子筛色谱柱, 将氢气、氧气和氮气进行色谱分离。然后反吹预柱, 将丙烯腈等其他杂质反吹到有机担体柱上, 进行分离。

进样步骤解析:

1 下图为系统待机状态, 在常见的进样反吹系统出口连接了有机担体柱。预柱中载气

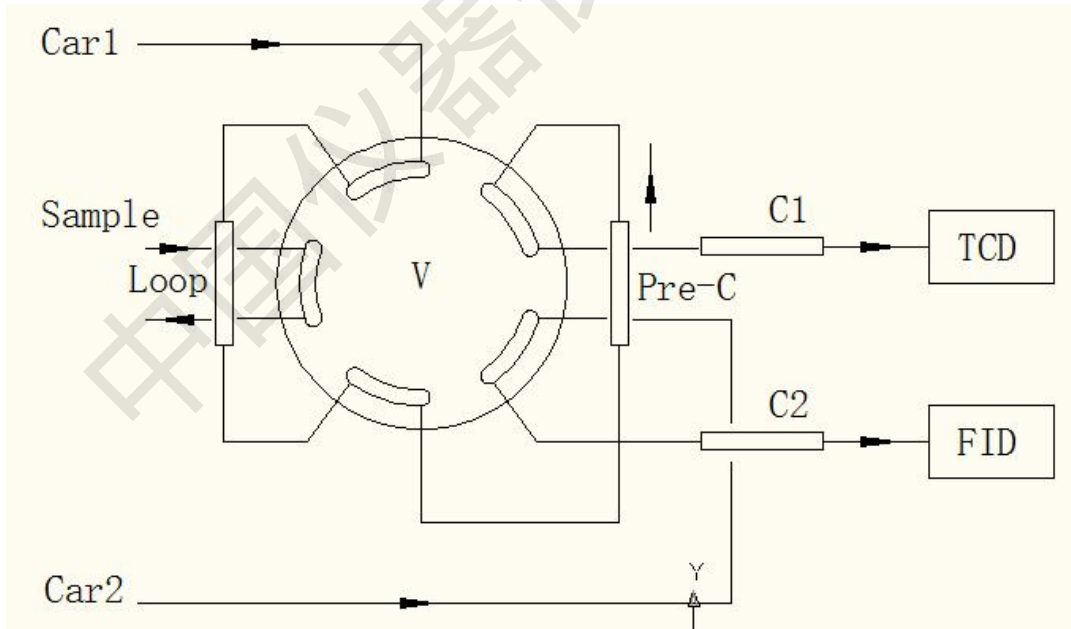
流向如图所示。

此时，将样品气装载到定量环（Loop）中。



## 2 进样

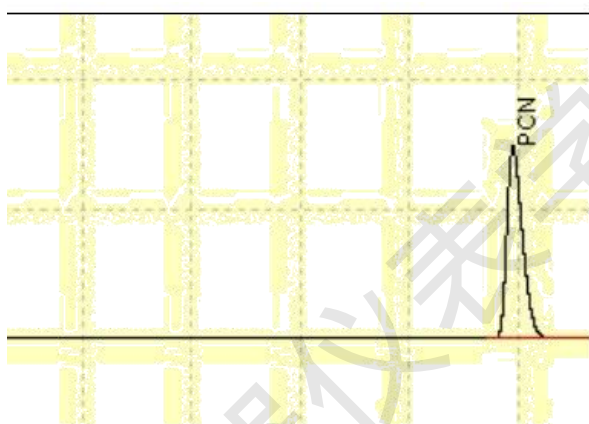
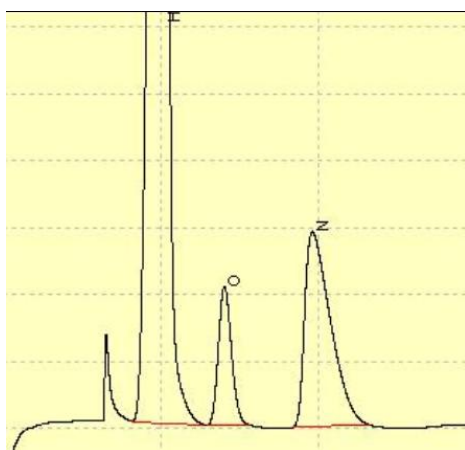
十通阀旋转，系统状态如图所示：



C1 柱为分子筛色谱柱，气体流向如图中所示。氢气、氧气、氮气在 TCD 上依次出峰。

## 3 反吹

当氢气、氧气、氮气完全进入 C1 柱后，阀再次旋转，恢复到待机状态，此时预柱 Pre-C 载气反吹，样品中的丙烯腈在 FID 上出峰。



中国仪器仪表行业协会