

化工装置排放空气中的微量一氧化碳、总烃和 丙烯醛的分析方案

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和十通阀双路进样的综合方法, 分析某化工企业工艺废气中的微量一氧化碳、总烃和微量丙烯醛。

关键词: 工艺废气;进样

1 背景介绍

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, 各目标组分含量大约 10ppm 左右)中的微量一氧化碳、总烃和微量的丙烯醛。

2 分析系统介绍

于是大致设计了一下仪器硬件方案:

首先选用 Shimadzu 公司的 GC-2014C 气相色谱仪, 同时安装有两个氢火焰离子化检测器 FID1 和 FID2, 可以同时测定样品中微量总烃和丙烯醛; 并安装有镍转换器用以分析样品中的微量一氧化碳。选用两个自动十通阀 V1 和 V2 完成分析, 其中 V1 采用了标准的十通进样反吹方式, V2 采用十通阀双路进样方式, 为了避免丙烯醛的吸附和冷凝问题, 选用了惰性的十通阀 V2。

其次为色谱柱选择: 为实现分离一氧化碳和氧气氮气的目的, 一般会选用分子筛色谱柱。

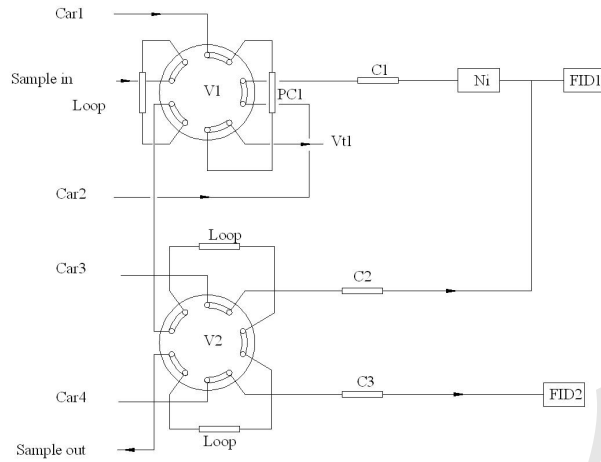
阀系统的设计: 鉴于分子筛柱会吸附微量丙烯醛、二氧化碳等杂质, 长时间使用会造成色谱柱分离性能下降, 于是采用了经典的十通阀进样反吹的方案 (V1)。

样品在预柱上分离进行预分离, 将空气、一氧化碳和丙烯醛、二氧化碳分离成为两组。预柱后面串联分子筛色谱柱, 将空气和一氧化碳进行色谱分离。然后反吹预柱, 将二氧化碳和丙烯醛反吹出系统。

V2 阀的功能是简单的进样, 具有两个定量环。

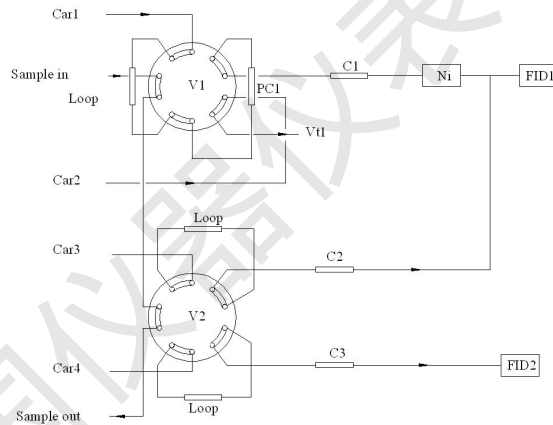
进样步骤解析：

1 下图为系统待机状态，此时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：



在 V1 阀流路，样品经由预分离色谱柱 PC1 和 C1，样品中的氧气、氮气、一氧化碳依次流出，其中一氧化碳被镍触媒转化在 FID1 上被检测到。然后 V1 阀复位，二氧化碳等重组分被反吹放空。

在 V2 阀流路，样品经过两个定量环进样，其中定量环 1 的样品，经过空柱，通过三通接头也送入 FID1 检测器，利用色谱柱系统的保留时间差异，总烃最先出峰。

定量环 2 的样品，经由 C3 色谱柱分离，在 FID2 色谱柱出峰。