

用 BID-2010Plus 分析永久性气体

GC-059

摘要： 本文利用岛津公司 GC-2010Plus 气相色谱仪，结合全新开发的通用型 BID-2010Plus 检测器，6 min 内完成永久性的分析。采用两阀四柱系统，Rt-Q PLOT 和 Rt-MS-5A 毛细管柱分析永久性气体，BID-2010Plus 进行检测。该系统峰面积重现性良好，RSD 小于 1%，检出限低，LOD 小于 10 ppm，适合永久性气体的快速分析。

关键词： GC-2010Plus Tracera 气相色谱仪永久性气体 BID-2010Plus 热值

永久性气体 H₂、O₂、N₂、CO、CH₄ 和 CO₂ 等组分是气体分析领域中常规的分析项目，如高炉煤气、水煤气、化工气、合成气、填埋气的检测分析中包含这些组分。了解这些组分，追踪浓度变化，对实际生产中有着重要的指导意义。目前常用的方法有二阀四柱双 TCD 检测器方法及一阀两柱单 TCD 检测器方法。前者检测限低，后者分析时间长、线性范围窄，检测限低。

岛津公司最新推出了通用型 BID 检测器，即介质阻挡放电氦等离子体检测器 (Barrier Discharge Ionization

Detector)。利用高纯 He 气在绝缘介质上产生氦等离子体，放出高能光子能量 (17.7eV)，可以离子化并测定除 Ne 和载气 He 外的全部化合物，是下一代通用型检测器。

本文介绍了 Tracera 永久性气体分析仪，采用二阀四柱、BID-2010Plus 检测器，快速分析永久性气体。该方法的优点是速度快，6 min 完成永久性气体；灵敏度高、线性范围宽，采用 BID 检测器；重复性好，采用第三代 AFC&APC。

实验部分

1.1 仪器

GC-2010Plus Tracera 气相色谱仪

1.2 分析条件

- 色谱柱 1: Porapak-N 1 m 80/100 目
- 色谱柱 2: Porapak-N 1 m 80/100 目
- 色谱柱 3: Rt-MS-5A, 30 m × 0.53 mm × 50 μm
- 色谱柱 4: Rt-Q PLOT, 30 m × 0.53 mm × 20 μm

柱温程序: 60°C (8 min)

进样口温度: 100°C

进样方式: 分流进样 (分流比: 3:1)

载气: 高纯氦气

载气控制方式: 恒压力, 10 mL/min

BID 检测器温度: 200°C

结果讨论

2.1 流程图

单通道、两阀、在线自动进样系统 (如图 1 所示流程图): 第一个十通阀用于分析 H₂、O₂、N₂、CH₄ 和 CO，CO₂ 和 H₂O 反吹放空; 第二个十通阀用于分析 CO₂、H₂O 和 C₂₊ 反吹放空。保留时间如表 1 所示。

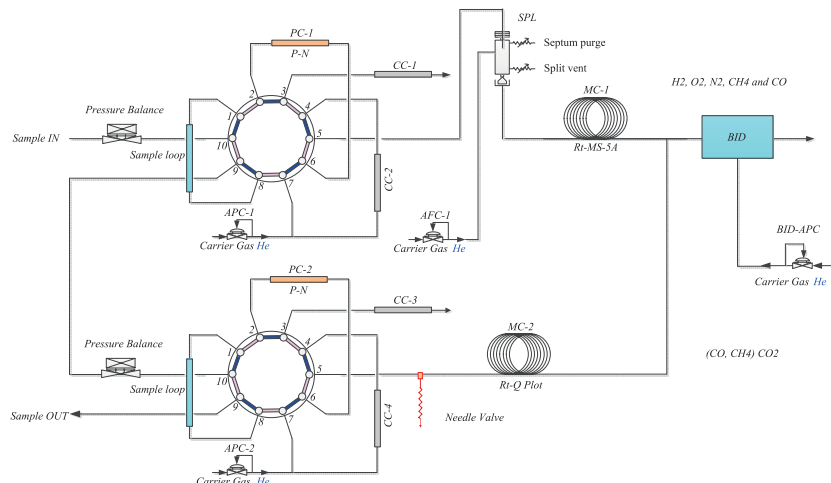


图 1 Tracera-永久性气体分析流程图

2.2 色谱图

使用江苏省计量科学研究院提供的永久性气体标样, 参考上述条件, 得到的色谱图如下。从图 2 可知, 永久性气体 6 min 内完成分析, 分离度良好。

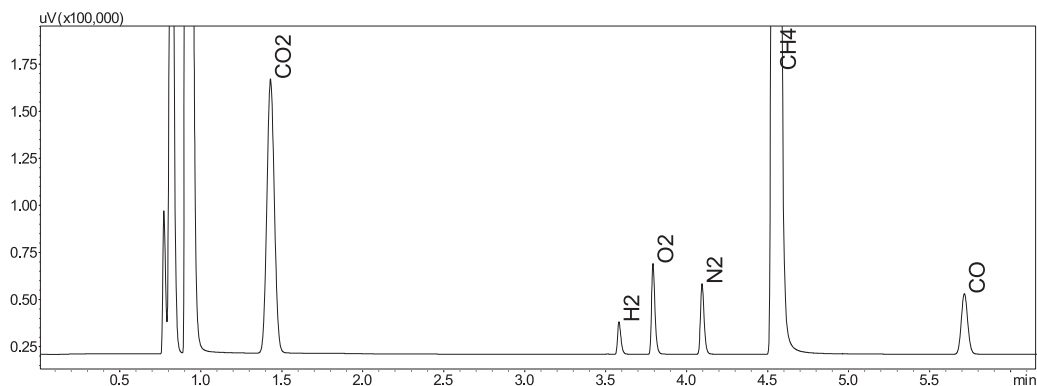


图2 永久性气体色谱图(BID)

表1 各组分名称、CAS号及保留时间

No.	组分名	CAS号	保留时间(min)
1	CO ₂	124 - 38 - 9	1.431
2	H ₂	1333 - 74 - 0	3.583
3	O ₂	7782 - 44 - 7	3.792
4	N ₂	7727 - 37 - 9	4.095
5	CH ₄	74 - 82 - 8	4.549
6	CO	630 - 08 - 0	5.715

2.3 检出限及重复性

使用标准永久性气体, 依据上述条件, 分流比为 3:1, 3 倍信噪比计算检出限, 无机气体 (BID) 各组分检出限见表 1; 重复进样 6 次, 面积重现性良好, RSD 小于 1%。

表2 天然气峰面积重现性及最低检测限(BID)(n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%	LOD(ppm)
1	CO ₂	470032	471370	472933	472237	482767	472368	473618	0.97	1.6
2	H ₂	25002	25066	24961	25096	24960	24872	24993	0.32	9.1
3	O ₂	71608	71708	71596	71803	71867	71695	71713	0.15	3.3
4	N ₂	59189	59303	59176	59207	59293	59074	59207	0.14	4.2
5	CH ₄	6340428	6334126	6318911	6320137	6323685	6312882	6325028	0.16	4.8
6	CO	88734	88994	88791	88932	88935	88732	88853	0.13	4.8

结论

采用岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪, 结合全新开发的通用型 BID-2010 Plus 检测器, 分析了永久性气体, 6 min 内完成分析。实验结果表明, 该方法分析速度快、检测限低、重复性好, 能很好地用于高炉煤气、水煤气、化工气、合成气、填埋气中永久性气体的检测与分析。同时, 岛津公司能根据用户的需求, 提供不同配置的永久性气体分析仪器。