

## Nexis™ GC-2030 使用填充柱和甲烷化反应器 (MTN-1) 分析标准气体

利用 GC 分析一氧化碳 (CO) 和二氧化碳 (CO<sub>2</sub>) 时, 使用填充柱和 TCD 的方法被广泛采用。但是, 在比 TCD 更高灵敏度地分析 CO 和 CO<sub>2</sub> 时, 已有使用甲烷化反应器使 CO 和 CO<sub>2</sub> 甲烷化并用 FID 作为检测器的方法。

本文中介绍在 Nexis GC-2030 上连接甲烷化反应器, 通过 FID 分析含有 CO、CO<sub>2</sub> 等的标准气体的案例。

K. Okumura, K. Kawamoto

### ■ 甲烷化反应器 (MTN-1)

甲烷化反应器 (MTN-1) 是使用 Ni (镍) 催化剂和氢 (H<sub>2</sub>), 将 CO 和 CO<sub>2</sub> 转换为甲烷 (CH<sub>4</sub>) 的选配组件。MTN-1 的样品气体入口连接在分析柱 (SUS 柱) 的出口, 将通过分析柱分离的 CO 和 CO<sub>2</sub> 分别转换为 CH<sub>4</sub>。MTN-1 的出口通过管道连接到检测器上, 将甲烷化的样品气体引入检测器。

其中, 将含有 100 ppm 以上 O<sub>2</sub> 以及含有大量 CO<sub>2</sub> 的试样引入 MTN-1 时, Ni 催化剂会失活, 因此, 需要在分析时考虑使用去除 O<sub>2</sub>、CO<sub>2</sub> 的阀系统。另外, 需要注意的是, 如果引入大量的水, 恢复催化剂功能需要一定的时间。管道连接示意图见图 1。(a) 是载气为 H<sub>2</sub> 之外时的情形, (b) 是载气为 H<sub>2</sub> 时的情形。

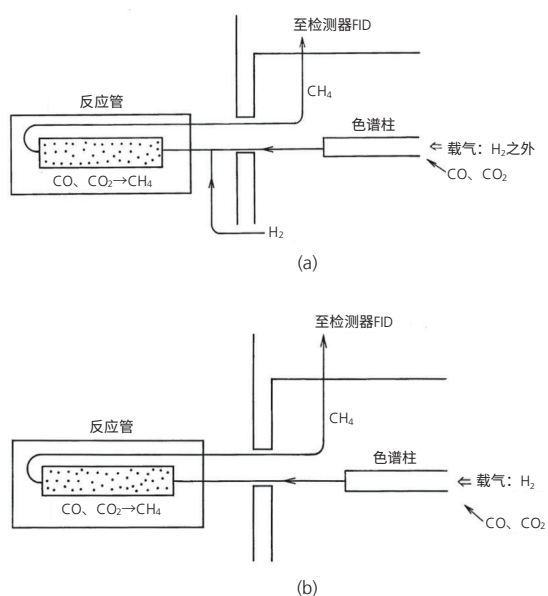


图 1 GC 与 MTN-1 的连接 (示意图)

(a) 是载气为 H<sub>2</sub> 之外时的情形, (b) 是载气为 H<sub>2</sub> 时的情形

### ■ 仪器配置和气体测量

表 1 所示为在本测量中使用的仪器配置。

标准气体以 He 为平衡气体, 将 CH<sub>4</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 稀释分别制备为 100 ppm(v/v) 的瓶装气体 (详见表 2)。使用填充柱 (Porapak™ N 填料) 对该标准气体进行了分析。分析时, 用气密注射器抽吸样品袋中的标准气体, 进样量为 1 mL。

表 1 仪器配置

主机型号	: Nexis GC-2030 + MTN-1
进样口	: SINJ-2030
检测器	: 氢火焰离子化检测器 (FID) +FID-2030PackedKit
色谱柱	: Porapak N 50/80 (3 m×2 mm I.D.)

表 2 标准气体的组分与浓度 (平衡气体: He)

成分	浓度 (ppm)
CH <sub>4</sub>	98.6
CO	97.5
CO <sub>2</sub>	94.6
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	97.8
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	101.0

### ■ 使用氮载气进行分析

分析条件见表 3。

表 3 分析条件

进样模式	: 直接
进样量	: 1 mL (气密注射器)
进样温度	: 40 °C
载气	: N <sub>2</sub>
载气控制	: 20 mL/min
Detector Temp.	: 200 °C
检测器气体	: H <sub>2</sub> 12 mL/min 空气 (200 mL/min) 补气 4 mL/min (N <sub>2</sub> )
柱温箱温度	: 40 °C (10 min)
MTN-1	
MTN-1 温度	: 400 °C
MTN-1 气体	: H <sub>2</sub> 20 mL/min

※ 使用手动气流控制器 (零部件编号: S221-78991-41) 向 MTN-1 供应 H<sub>2</sub> 气体

分析标准气体时的色谱图如图 2 所示。接通 MTN-1 时，可以检测到对 FID 无响应的 CO 和 CO<sub>2</sub>。为进行比较，关闭 MTN-1 时的色谱图在下方显示。

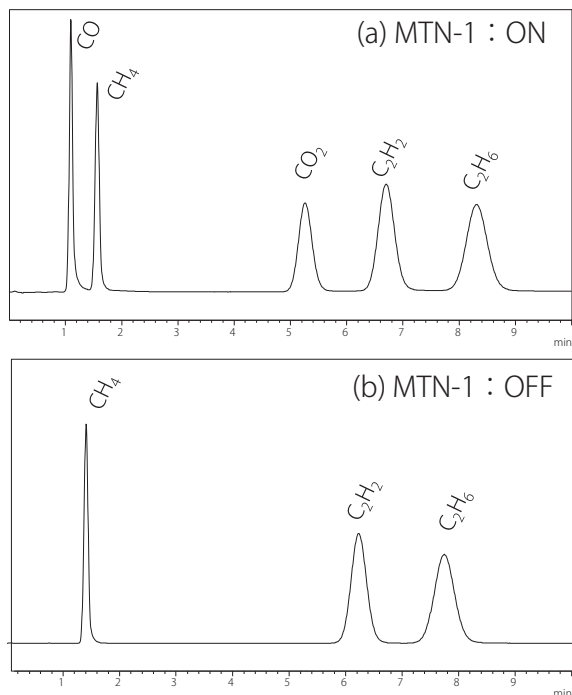


图 2 标准气体的色谱图（氮载气）  
(a) MTN-1: ON (b) MTN-1: OFF

※ MTN-1 接通时，反应管温度需要设置为 400°C 左右，通道阻力增大，因此，与 MTN-1 关闭时测量的峰洗脱时间不同。

## ■ 使用氢载气进行分析

使用 H<sub>2</sub> 载气时，检测器气体的 H<sub>2</sub> 流量设置为建议流量值减去载气流量的值。以 24 mL/min 左右的流速向检测器气体的 MakeUp 气体中供应惰性气体（N<sub>2</sub> 等）。如果柱流量大于检测器气体 H<sub>2</sub> 流量的推荐值，则需要对各种气体流量进行调整，使到达检测器的“H<sub>2</sub> 流量”和“H<sub>2</sub> 及空气之外的气体流量”、“空气流量”之比达到 1: 1: 5 左右。

载气为 H<sub>2</sub> 之外时，载气流量大、氢火焰点火困难、需要增加空气流量时，各种气体流量都应参考上述比例进行设置。

氢载气的流量条件如表 4 所示。温度条件和表 3 相同，仪器配置和表 1 相同。

表 4 使用氢载气时的流量条件

载气	: H <sub>2</sub>
载气控制	: 20 mL/min.
检测器气体	: H <sub>2</sub> 12 mL/min 空气 (200 mL/min) 补气 24 mL/min (N <sub>2</sub> )
MTN-1 气体	: H <sub>2</sub> 0 mL/min

Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Porapak 是 Waters Corporation 的商标。

分析标准气体时的色谱图如图 3 所示。为进行比较，关闭 MTN-1 时的色谱图在下方显示。使用氢载气时，也能得到与氮载气类似的良好色谱图。

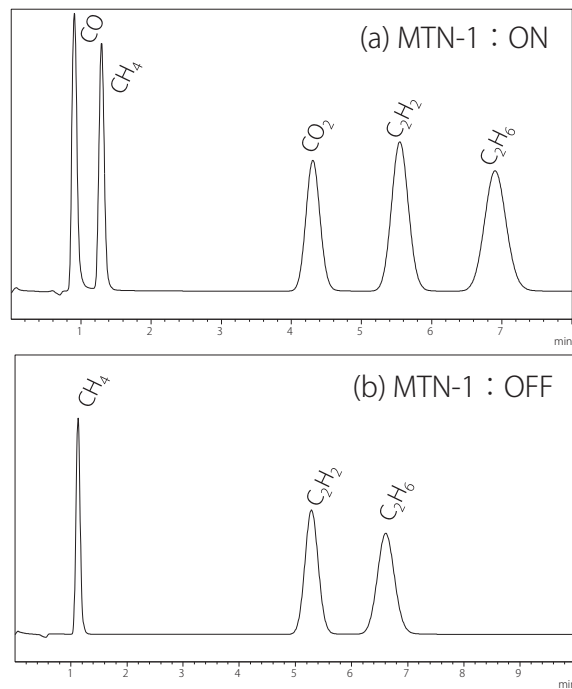


图 3 标准气体的色谱图（氢载气）  
(a) MTN-1: ON (b) MTN-1: OFF

## ■ 总结

在 Nexis GC-2030 上连接甲烷化反应器 (MTN-1)，用 FID 分析了含有 CO 和 CO<sub>2</sub> 的标准气体。使用 Nexis GC-2030 的高灵敏度 FID，可以完成 CO 和 CO<sub>2</sub> 的微量分析。此外，进行高灵敏度分析时，以及分析无法使用甲烷化反应器的无机气体时，使用 GC-BID 进行分析是有效的。

参见 (AN G288A “使用 Nexis™ GC-2030 dual BID 系统进行无机气体、低级烃的高灵敏度同时分析” 等内容。)

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

※ 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
※ 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2020 年 10 月