

# 岛津 GC-2030 测定液化石油气的烃类和微量氧化物

## GC-130

**摘要：**本文建立了一种气相色谱法测定液化石油气中的烃类和微量氧化物的方法。使用全自动气体六通阀进样，再结合另一个气体六通阀切换技术：将烃类切换至  $\text{Al}_2\text{O}_3$  柱在第一个 FID 检测器进行分析，微量氧化物经 OxyPLOT 柱分离后进入另外一个 FID 检测器分析；结果显示：所有化合物在 50 ppm 的浓度下，峰面积 RSD 均小于 1% ( $n=6$ )，在 2~50 ppm 的浓度范围内线性相关系数均大于 0.9950。本方案重现性好，分析时间短，可用于液化石油气中组分的测定。

**关键词：**双 FID 液化石油气 微量氧化物

液化石油气作为化工原料或工业和民用燃料，在我国的能源结构中占着非常重要的地位。近年来，液化石油气的价格日益攀升，一些不法分子为了获取可观的利润，以次充好，在液化石油气中掺入价格低廉微量的醇，醚，醛，酮，但这些物质充装于液化石油气的钢瓶中存在一定的安全隐患。含量较高的二甲醚等杂质会对燃气压力容器及钢瓶密封圈产生溶胀作用，导致密封不良，进而引发燃气泄漏。因此在 GB11174-2011 液化石油气产品规格中明确规定不允许添加除具有明显臭味的含硫

化合物加臭剂以外的其他组分。

本方案采用岛津公司的旗舰型产品 GC-2030, 结合阀切换技术，实现掺杂微量含氧化合物的液化石油气的分析，采样使用全自动气体六通阀，样品进入 OxyPLOT 预分离，再结合另一个气体六通阀切换技术，将烃类切换至  $\text{Al}_2\text{O}_3$  柱在第一个 FID 检测器进行分析，微量氧化物经 OxyPLOT 柱分离后直接另外 FID 检测器分析，通过测得的液化石油气的组成数据可以准确的判断该产品是否符合相关技术标准的要求。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：

GC-2030 (配置双 FID 检测器)

### 1.2 GC 分析条件

液相色谱柱：HP- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (25 m×0.32 mm×8  $\mu\text{m}$ )

GS-OxyPLOT

(10 m×0.53 mm×10  $\mu\text{m}$ )

柱温程序：60°C (0 min)\_8°C /min\_180°C (10 min)

载气控制方式：恒流 (4.5 mL/min)

APC 辅助压力：50 kPa

进样方式：气体六通阀，分流 / 不分流进样

SPL 温度：200°C 分流进样 (分流比 10: 1)

### 1.3 GC-FID 分析条件

FID1 温度：230°C

氢气流量：30 mL/min

空气流量：350 mL/min

尾吹流量：25 mL/min

FID2 温度：230°C

氢气流量：30 mL/min

空气流量：350 mL/min

尾吹流量：25 mL/min

## 1.4 系统流路图

### 1.4.1 系统采用全惰化管路和部件。

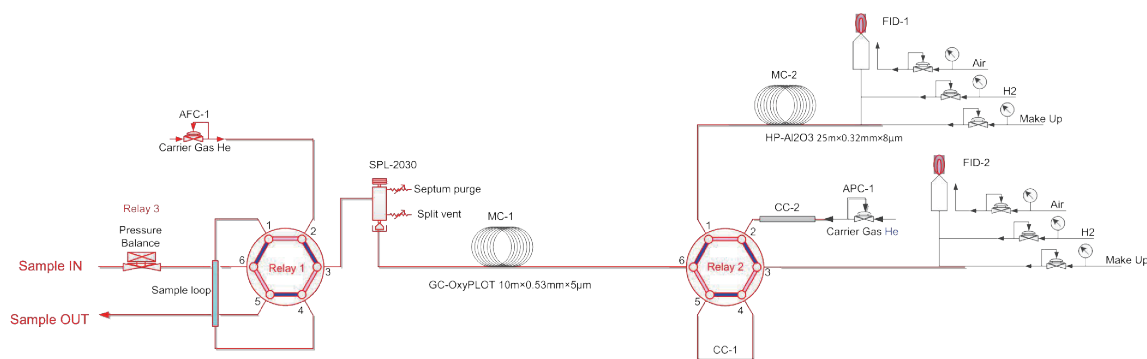


图1

## 1.5 标准气体配置

### 1.5.1 标准气体由大连大特气体公司配置

1.5.2 通过改变 SPL 分流比, 使进入到系统的化合物浓度分别为 2、3.3、10、20、和 50 ppm, 以浓度为横坐标, 响应值为纵坐标建立校准曲线。

## ■ 测试结果

### 2.1 阀程序

预处理程序			
时间	设备	事件	值
0.01 分钟	继电器	继电器 3(0:关/1:开)	1
1 分钟	继电器	继电器 3(0:关/1:开)	0
1.2 分钟	其他	开始	2
时间程序			
时间	设备	设备	值
0.01 分钟	继电器	继电器 1(0:关/1:开)	1
1 分钟	继电器	继电器 1(0:关/1:开)	0
6 分钟	继电器	继电器 2(0:关/1:开)	1
20 分钟	继电器	继电器 2(0:关/1:开)	0

### 2.2 分离谱图

烃类组分至 HP-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 柱进入 FID1 进行检测, 微量化合物经 GS-OxyPLOT 柱子分离后进入 FID2 进行检测。相关色谱图请参见图 2 和图 3。

Datafile Name:STD(split 1 normal glasswool) -7.gcd

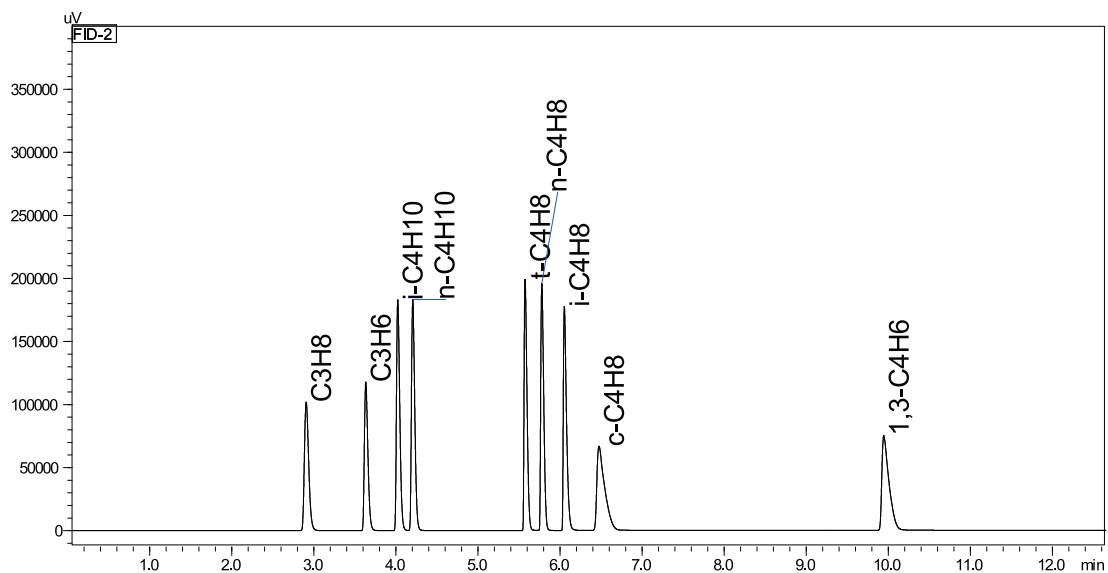


图2 烃类切入HP- $\text{Al}_2\text{O}_3$ 柱色谱图 (FID1检测)

Datafile Name:STD(split 1 normal glasswool) -7.gcd

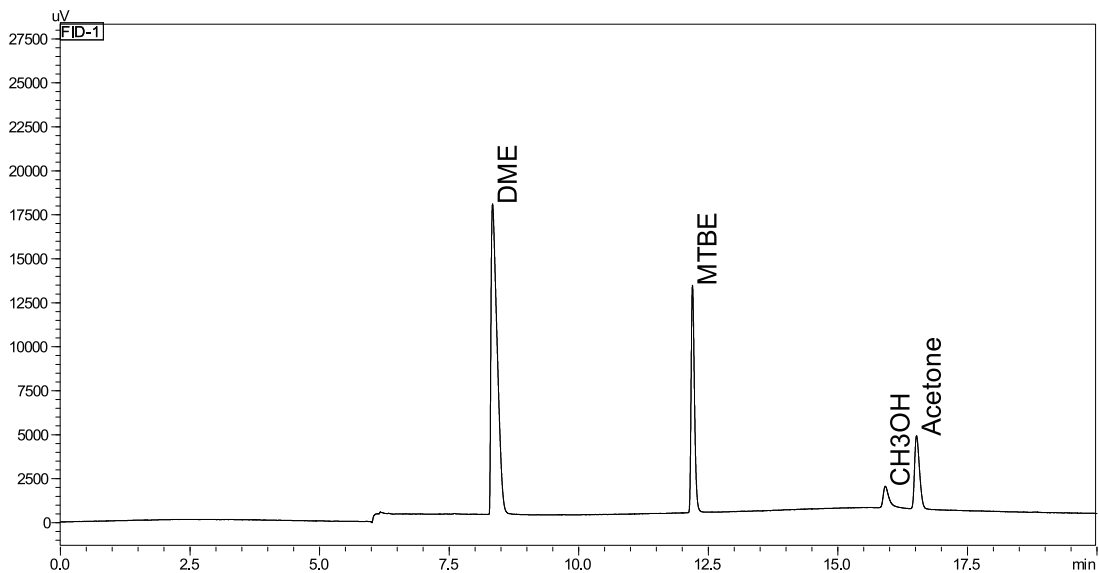


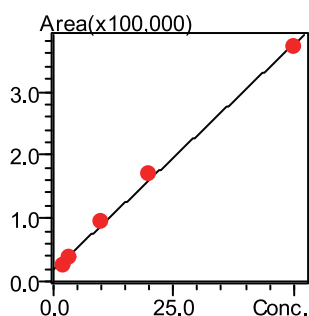
图3 微量氧化物在GS-OxyPLOT柱色谱图 (FID2检测)

### 2.3 标准曲线及重复性

对液化石油气标气重复进样 6 次，测试色谱峰面积重复性；并以 2 ppm、3.3 ppm、5 ppm、10 ppm 和 50 ppm 建立标准曲线；重复性与相关系数请参见表 1 和表 2，图 4 和图 5 所示为化合物校准曲线图。

表1 经Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>柱检测组分结果

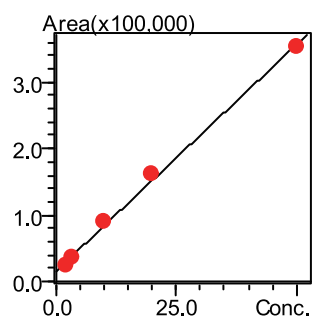
No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	RSD%	LOD (ppm)
1	丙烷	Propane	74-98-6	2.814	0.334	0.0017
2	丙烯	Propene	115-07-1	3.536	0.307	0.0018
3	异丁烷	Isobutane	75-28-5	3.934	0.32	0.0012
4	正丁烷	n-Butane	106-97-8	4.118	0.317	0.0013
5	反-2-丁烯	trans-Butene	624-64-6	5.488	0.328	0.0014
6	正丁烯	1-Butene	106-98-9	5.689	0.381	0.0014
7	异丁烯	Isobutene	115-11-7	5.965	0.337	0.0015
8	顺-2-丁烯	cis-2-Butene	590-18-1	6.265	0.366	0.0037
9	1,3-丁二烯	1,3-Butadiene	106-99-0	9.818	0.341	0.0035



丙烷

$$Y = 7137.92X + 17783.1$$

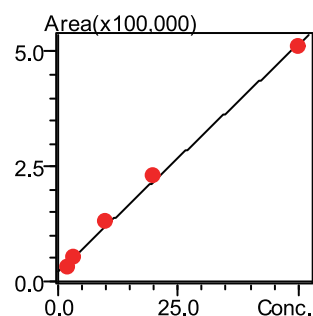
$$R^2 = 0.9972$$



丙烯

$$Y = 6806.29X + 15988.21$$

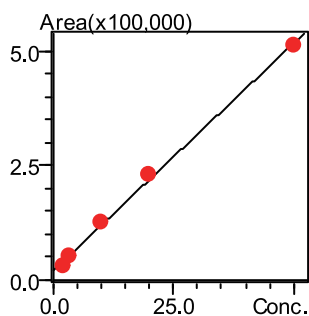
$$R^2 = 0.9978$$



异丁烷

$$Y = 9870.77X + 21818.6$$

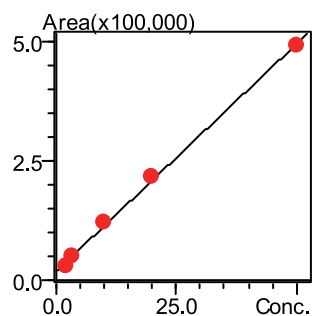
$$R^2 = 0.9977$$



正丁烷

$$Y = 9535.46X + 18823.7$$

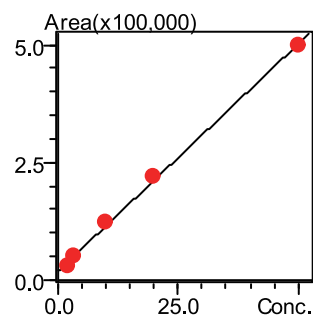
$$R^2 = 0.9987$$



反丁烯

$$Y = 9905.20X + 21686.8$$

$$R^2 = 0.9979$$



正丁烯

$$Y = 9639.89X + 19173.8$$

$$R^2 = 0.9979$$

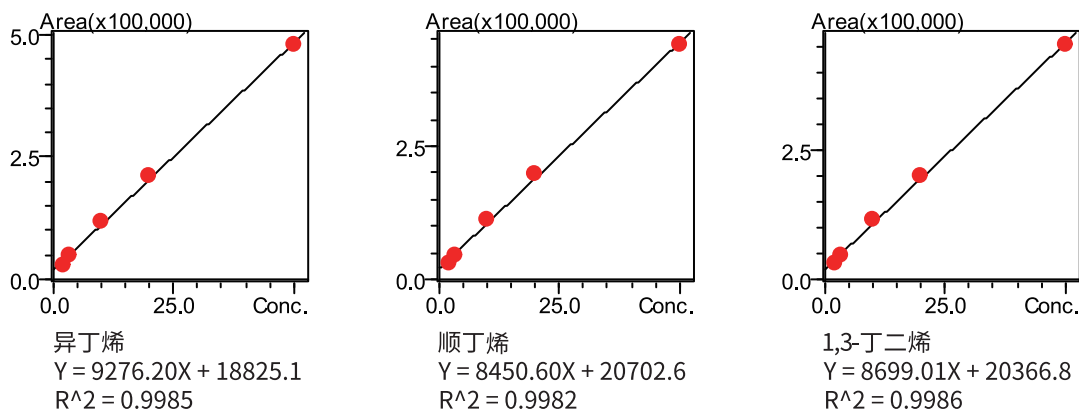


图4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>柱分离化合物标准曲线

表2 经GS-OxyPLOT柱检测组分结果

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	RSD%	LOD (ppm)
1	二甲醚	Dimethyl ether	115-10-6	8.363	0.257	0.0145
2	甲基叔丁基醚	Methyl Tert Butyl Ether	1634-04-4	12.251	0.591	0.0029
3	甲醇	Methanol	67-56-1	15.994	0.874	0.0451
4	丙酮	Acetone	67-64-1	16.582	0.884	0.0085

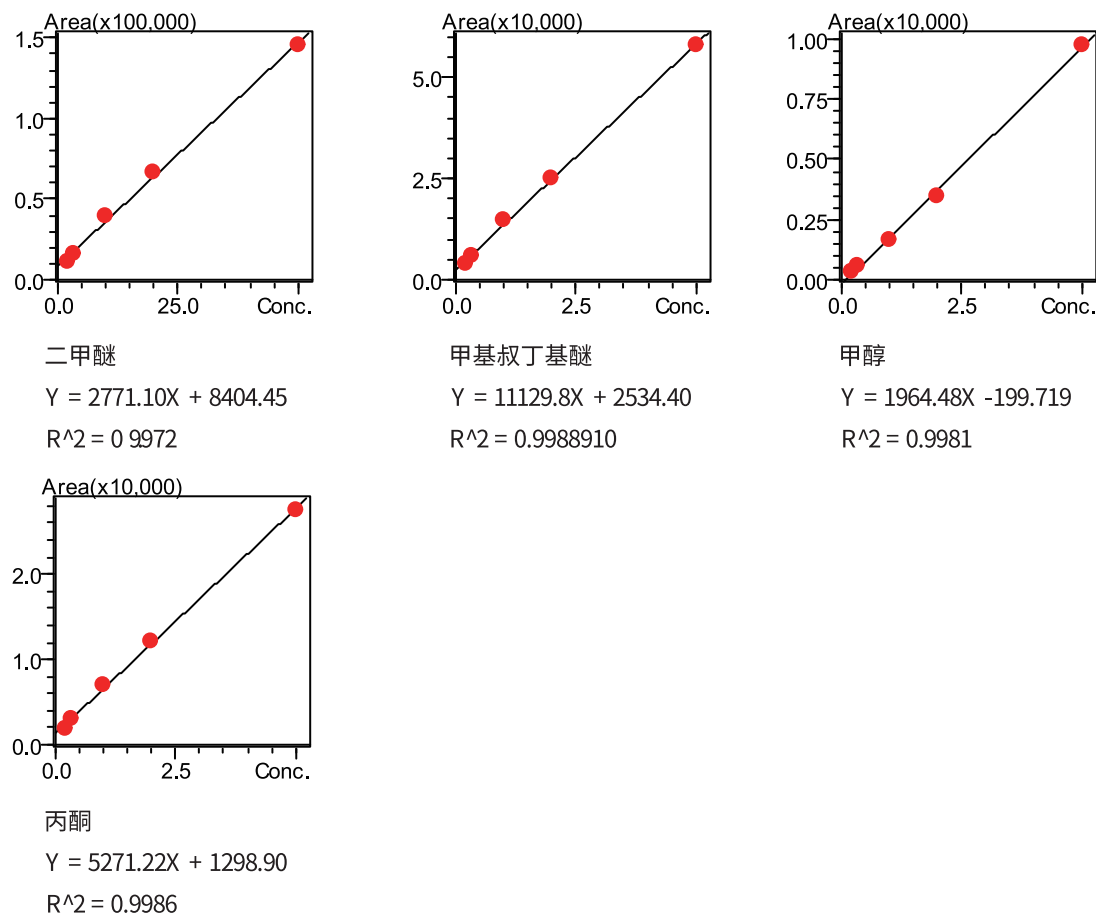


图5 GS-OxyPLOT柱分离化合物标准曲线

## ■ 结论

本方案采用岛津 GC-2030 气相色谱仪配置双 FID 检测器，具有分析时间短、灵敏度高、重复性好等特点，可以有效的用于液化石油气中烃类和微量含氧化物的定性、定量分析，准确的鉴别成品液化石油气组成是否符合产品规格的要求。