

# 超快速炼厂气分析

## GC-055

**摘要：**本文利用岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪，结合全新开发的通用型 BID-2010 Plus 检测器，6 min 内完成炼厂气的分析。采用三阀六柱系统，Rt-Q PLOT 和 Rt-MS-5A 毛细管柱分析永久性气体，BID-2010 Plus 进行检测；Rt-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 分析有机烃类，FID 进行检测。该系统峰面积重复性良好，RSD 小于 1%，检出限低，硫化氢及其他组分 LOD 小于 10 ppm，适合炼厂气的快速分析。本系统包含岛津热值软件。

**关键词：**GC-2010 Plus Tracera 气相色谱仪 炼厂气 BID-2010 Plus 热值软件

炼厂气是石油加工过程中的副产物，含有大量可利用的低级烃类和永久性气体，可用作各种化工产品的原材料。目前常用的方法有四阀五柱全填充柱双 TCD 检测器方法及三阀四柱 TCD+FID 双检测器分析方法。前者分析时间长，灵敏度低。后者采用氦气作载气，氢气检测线性范围窄。并且，这两套方案均采用 TCD 检测硫化氢，其最低检测限只能达到 0.1%。

岛津公司最新开发通用型 BID 检测器，即介质阻挡放电氦等离子体检测器，英文为 Barrier Discharge

Ionization Detector。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-UFRGA 系统，采用三阀六柱、BID-2010 Plus + FID 检测器双通道快速分析炼厂气方法。该方法的优点是速度快，6 min 完成永久性气体和烃类化合物分析；灵敏度高，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-2010 Plus 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: OV-1 1 m 80/100 目

色谱柱 4: Rtx-MS-5A, 30 m × 0.53 mm × 50 μm

色谱柱 5: Rt-Q PLOT, 30 m × 0.53 mm × 20 μm

色谱柱 6: Rt-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PLOT, 30 m × 0.53 mm × 10 m

柱温程序: 65°C (1 min) \_10°C/min\_150°C (3 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

FID 检测器温度: 200°C

## 结果讨论

### 2.1 流路图

两通道、三阀、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 CO<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O 和 C<sub>3+</sub> 反吹放空; 第二个十通阀用于分析 H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> 和 CO, CO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O 反吹放空; 第三个十通阀用于分析永久性气体 C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub> 和 C<sub>6+</sub>。保留时间如表 1 和表 2 所示。

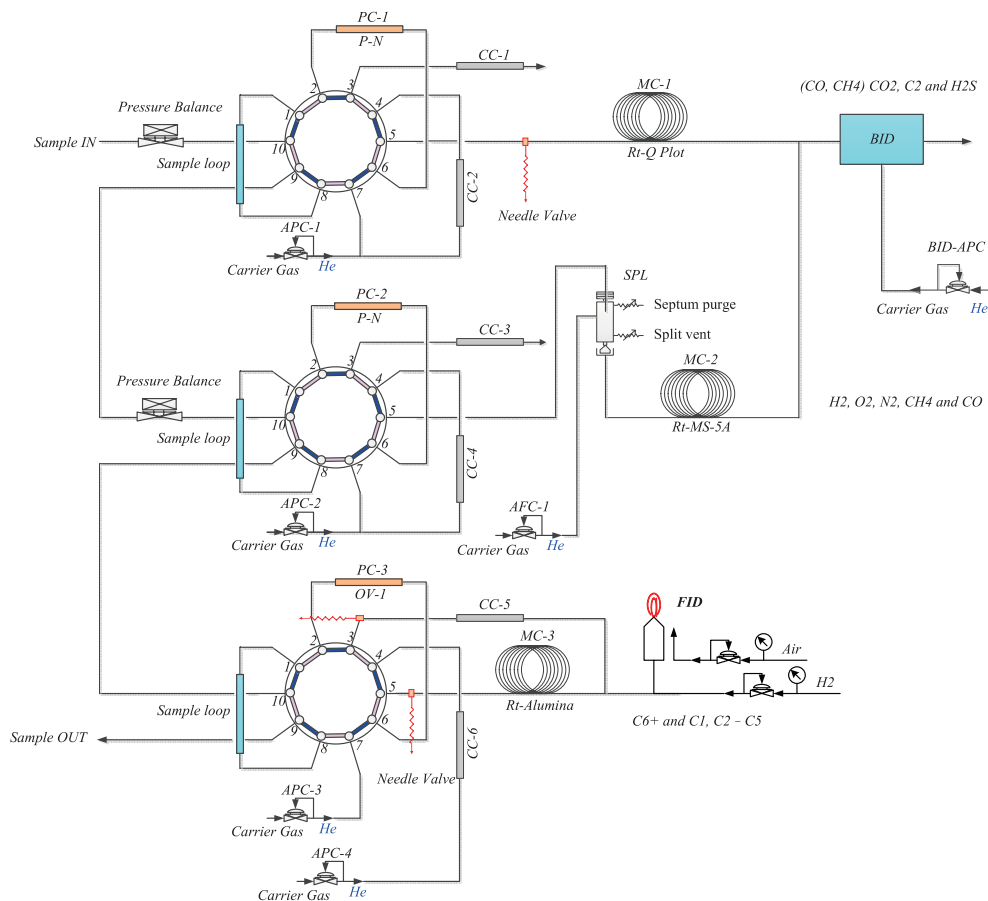


图1 Tracera-UFRGA 流路图

## 2.2 色谱图

使用江苏省计量科学研究院提供的炼厂气，参考上述条件，得到的色谱图如下。从图2可知，永久性气体包含H<sub>2</sub>S在5 min内完成分析，分离度良好。从图3可知，碳烃化合物5.6 min内完成分析，分离良好。

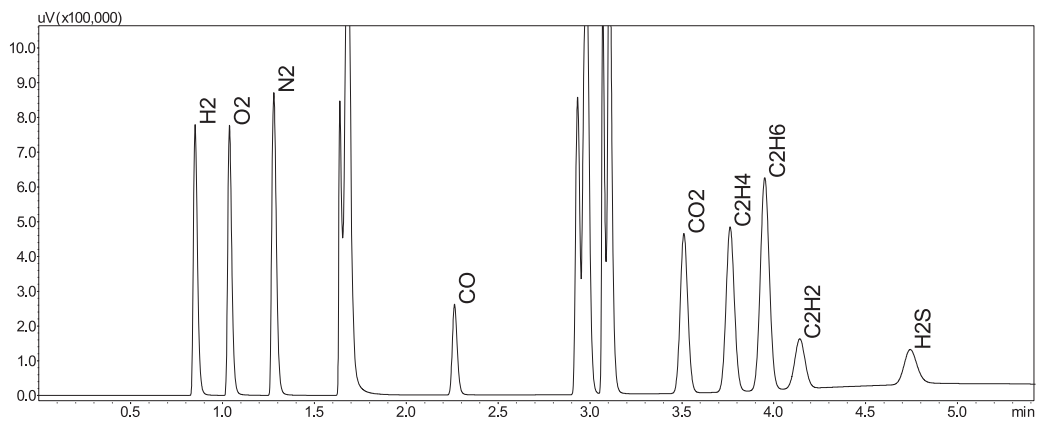


图2 炼厂气色谱图(BID)

表1 组分名称、CAS号及保留时间

No.	组分名	CAS号	保留时间(min)
1	H <sub>2</sub>	1333 - 74 - 0	0.851
2	O <sub>2</sub>	7782 - 44 - 7	1.038
3	N <sub>2</sub>	7727 - 37 - 9	1.279
4	CO	630 - 08 - 0	2.263
5	CO <sub>2</sub>	124 - 38 - 9	3.511
6	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	74 - 85 - 1	3.762
7	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	74 - 84 - 0	3.951
8	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	74 - 86 - 2	4.142
9	H <sub>2</sub> S	7783 - 6 - 4	4.743

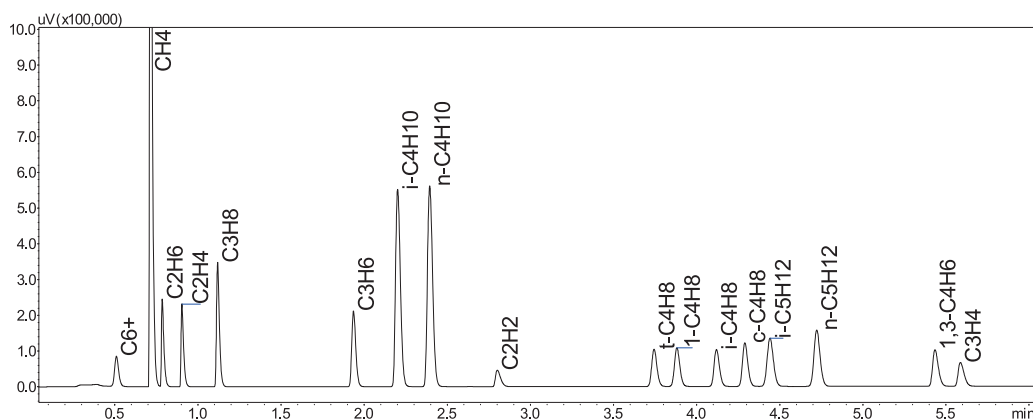


图3 炼厂气色谱图(FID)

表2 烃类组分名称、CAS号及保留时间

No.	组分名	CAS号	保留时间(min)
1	C6+	-	0.509
2	CH <sub>4</sub>	74 - 82 - 8	0.715
3	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	74 - 84 - 0	0.785
4	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	74 - 85 - 1	0.904
5	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	74 - 98 - 6	1.119
6	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	115 - 07 - 1	1.936
7	i-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	75 - 28 - 5	2.201
8	n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	106 - 97 - 8	2.394
9	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	74 - 86 - 2	2.801
10	t-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	624 - 64 - 6	3.744
11	1-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	106 - 98 - 9	3.881
12	i-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	115 - 11 - 7	4.119
13	c-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	590 - 18 - 1	4.29
14	i-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	78 - 78 - 4	4.442
15	n-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	109 - 66 - 0	4.723
16	1,3-C <sub>4</sub> H <sub>6</sub>	106 - 99 - 0	5.434
17	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub>	74 - 99 - 7	5.587

### 2.3 检出限及重复性

使用标准炼厂气, 依据上述条件, 分流比为 3:1, 以 3 倍信噪比计算检出限, 无机气体 (BID) 各组分检出限见表 1; 分流比为 22:1, 以 3 倍信噪比计算检出限, 有机气体 (FID) 各组分检出限见表 2; 重复进样 6 次, 面积重复性良好, RSD 小于 0.5%。

表 3 炼厂气峰面积重复性及最低检测限(BID)(n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%	LOD (ppm)
1	H <sub>2</sub>	1221080	1217638	1220585	1221434	1219877	1221352	1220328	0.12	6.12
2	O <sub>2</sub>	1201943	1201078	1203779	1201378	1199380	1203229	1201798	0.13	1.85
3	N <sub>2</sub>	1514715	1511981	1517955	1514142	1514211	1518090	1515182	0.16	3.39
4	CO	486535	487959	489768	487103	487895	488835	488016	0.24	1.15
5	CO <sub>2</sub>	1334791	1337904	1338552	1336785	1331065	1326637	1334289	0.35	1.24
6	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	1510314	1513120	1514393	1512294	1504769	1499412	1509050	0.38	0.61
7	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	2109195	2114540	2115465	2112086	2102367	2095589	2108207	0.37	0.47
8	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	576087	576805	576730	576121	573434	571868	575174	0.35	1.03
9	H <sub>2</sub> S	512847	508727	510989	511634	508666	511887	510792	0.34	1.51

表 4 炼厂气峰面积重复性及最低检测限(FID)(n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%	LOD (ppm)
1	C6+	158635	159528	157812	158950	157935	159468	158721	0.46	0.78
2	CH <sub>4</sub>	2260978	2263842	2260462	2257665	2259217	2260266	2260405	0.09	15.24
3	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	250953	252296	250088	250690	250620	251215	250977	0.30	2.62
4	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	246691	248406	245741	246742	246307	247263	246858	0.37	2.63
5	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	422193	423686	420984	420729	421473	422789	421976	0.27	1.87
6	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	359603	360636	358828	358030	359391	359498	359331	0.24	2.85
7	i-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	1122725	1124390	1121285	1116596	1120435	1122212	1121274	0.24	2.15
8	n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	1215908	1215589	1213446	1207766	1213136	1214267	1213352	0.24	2.14
9	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	100365	100322	99905	99464	99998	99892	99991	0.33	6.66
10	t-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	230623	230484	229812	228829	229949	230079	229963	0.28	2.69
11	1-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	245654	245826	245177	244002	245320	245292	245212	0.26	2.78
12	i-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	235678	235537	234706	233834	235066	235184	235001	0.28	2.93
13	c-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	275596	274932	274172	273547	274261	274654	274527	0.26	2.51
14	i-C <sub>3</sub> H <sub>12</sub>	360506	360475	359229	358347	358743	358699	359333	0.26	2.24
15	n-C <sub>3</sub> H <sub>12</sub>	409180	408223	408125	406197	407397	407559	407780	0.24	1.93
16	1,3-C <sub>4</sub> H <sub>6</sub>	245078	244855	244317	243179	244158	244869	244409	0.29	2.97
17	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub>	166867	166934	166314	165446	166053	166660	166379	0.34	4.79

## ■ 结论

采用岛津公司的 Tracera-UFRGA 气相色谱仪器，具有灵敏度高、速度快、重复性好等特点，可以快速地、有效的用于炼厂气的定性、定量分析。结合岛津热值计算软件，可以自动计算炼厂气中的热值、分子重量、相对密度、沃泊指数等参数。同时，岛津公司能根据用户的要求，提供不同配置的炼厂气分析仪器和扩充炼厂气分析仪器。