

气相色谱法 (Jetanizer) 测定乙烯丙烯中 CO、CH₄ 和 CO₂

GC-285

摘要： 本文使用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合新一代甲烷转化炉 (Jetanizer) 结合 FID 建立了一种一次测定乙烯丙烯中微量和常量的 CH₄、CO 和 CO₂ 的分析方法。使用独有的 3D 打印非镍催化剂直接装填在 FID 喷嘴中的技术，与传统的甲烷转化炉不同，其可阻抗大量氧气和硫化物的侵害。使用 FID 现有的燃烧气体，无需额外的加热端口组件。结果显示：在 1mL 的定量环进样体积下，本方法可获得 1 μL/L~10% 的宽线性范围，CH₄、CO 和 CO₂ 的最低检测限分别为 0.039 μL/L, 0.054 μL/L 和 0.189 μL/L，各组分浓度的 RSD 均小于 1% (n=5)，转化效率可达 95% 以上。本方案重复性好，线性范围宽，检测限低，转化效率高，结果准确。

关键词： 气相色谱仪 Jetanizer 甲烷转化炉 一氧化碳 二氧化碳

技术特点：

- ❖ 采用新一代甲烷转化炉 (Jetanizer) 结合 FID 测定乙烯丙烯中 CH₄、CO、CO₂，线性范围宽，检出限低。
- ❖ 颠覆传统甲烷转化炉技术，无需额外增加加热端口，无需另外通入氢气，可阻抗氧气和硫化物侵害。

检测较高含量的一氧化碳和二氧化碳一般使用热导检测器 (TCD)，对于气体中微量的一氧化碳和二氧化碳的分析受热导检测器检测限的影响不能满足分析要求而在氢火焰离子化检测器 (FID) 上又无响应时，需要采用甲烷转化炉将一氧化碳和二氧化碳加氢转化成甲烷由 FID 来检测。

传统的甲烷转化炉与 FID 相串联，一般由加热部分、保温部分、转化部分和气路部分组成。结构复杂，安装不易。而当目标物中含有大量的空气，一氧化碳和二氧化碳时，容易积碳，当目标物中含有硫化物时，

容易对其侵害。

岛津公司新一代甲烷转化炉 (Jetanizer) 使用独有的 3D 打印技术将非镍催化剂直接装填在 FID 喷嘴中，与 FID 融为一体，无需另外占用加热位和追加氢气。本方案采用岛津公司 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合新一代甲烷转化炉 (Jetanizer) 建立了一种一次性测定乙烯丙烯中微量和常量的 CH₄、CO 和 CO₂ 的分析方法。安装简便，操作灵活，重复性良好，面积重现性均 < 1%，检测限低，线性范围宽，从 1 ppm-10%，R² > 0.999。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 (Jetanizer 和 FID 检测器)

1.2 测定原理

在进样时待测组分进入样品管路和定量环，通过第一个十通阀切换使定量环中的样品进入色谱柱系统的预分析柱 (P-Q)。其它非目标物可通过十通阀复位后放空，经过预柱分离后的 CH₄、CO、CO₂ 先通过六通阀切换至阻尼柱，CO₂ 进入 Jetanizer 被氢气还原成 CH₄，由 FID 进行检测分析，六通阀复位后 CH₄ 和 CO 进入主分析柱 (MS-13X) 进行分离，CO 进入 Jetanizer 被氢气还原成 CH₄，由 FID 进行检测分析。

1.3 分析条件

柱温	: 60°C	尾吹	: 24 mL/min
载气控制方式	: 恒压控制	进样方式	: 阀进样
载气压力	: APC1 350 kPa, APC2 317 kPa	进样量	: 1 mL

FID 温度：400℃

阀 温度：60℃

氢气流量：32mL/min

空气流量：200mL/min

色 谱 柱：

P-Q 80/100 mesh 3.2 mm×2.1mm×1 M

P-Q 80/100 mesh 3.2 mm×2.1 mm×2 M

MS-13X 80/100 mesh 3.2 mm×2.1 mm×2 M

■ 样品前处理

2.1 标准品的制备

由大连大特气体有限公司提供的标气。

表 1 六瓶标气的组分及浓度

No.	标气	CH ₄ 浓度	CO 浓度	CO ₂ 浓度
1	标气瓶 1	0.99 μL/L	1.02 μL/L	1.01 μL/L
2	标气瓶 2	10.01 μL/L	9.98 μL/L	10.1 μL/L
3	标气瓶 3	99.92 μL/L	99.59 μL/L	100.76 μL/L
4	标气瓶 4	998.29 μL/L	1005.96 μL/L	1003.9 μL/L
5	标气瓶 5	1.02%	0.987%	1.02%
6	标气瓶 6	10.14%	10.15%	10.11%

■ 结果与讨论

3.1 标气色谱图

按照 1.2 方法原理和 1.3 条件分析标准气体，分析色谱图如图 1 所示，各组分保留时间列于表 2 中。

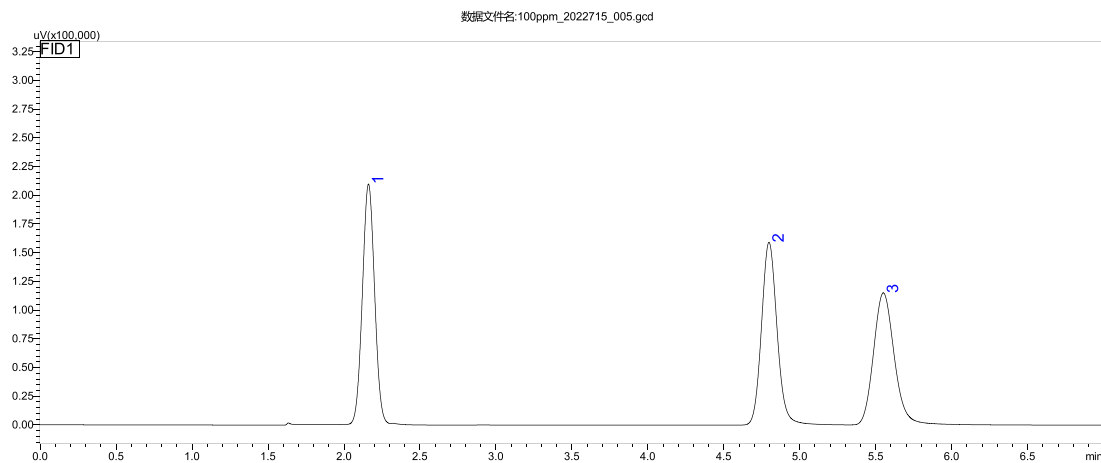


图 1 标气 3 色谱图

表 2 气体组分名称、CAS 号以及保留时间

No.	中文名称	英文名称	CAS	保留时间 (min)
1	二氧化碳	CO ₂	124-38-9	2.157
2	甲烷	CH ₄	74-82-8	4.750
3	一氧化碳	CO	630-08-0	5.522

3.2 实验重复性

连续进样 5 次（以 10 $\mu\text{L/L}$ 为例），考察分析系统的重复性。峰面积重复性结果如表 3 所示。

表 3 峰面积重复性

No.	中文名称	峰面积 RSD% (n=5)					RSD%	检出限 ($\mu\text{L/L}$)
		平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5		
1	二氧化碳	116408.4	116551.9	116713.1	116450.7	116838.7	0.155	0.039
2	甲烷	109664.6	109847.7	109317.5	109862.2	109786.3	0.205	0.054
3	一氧化碳	104046.1	102368.5	103939.0	103853.7	104214.9	0.721	0.189

3.3 多点校正曲线

标气瓶 1 到标气瓶 6， CO_2 、 CH_4 和 CO 浓度分别为 1 $\mu\text{L/L}$ 、10 $\mu\text{L/L}$ 、100 $\mu\text{L/L}$ 、1000 $\mu\text{L/L}$ 、1%、10%，各进样 5 次，制作标准曲线，如下图 2 所示。

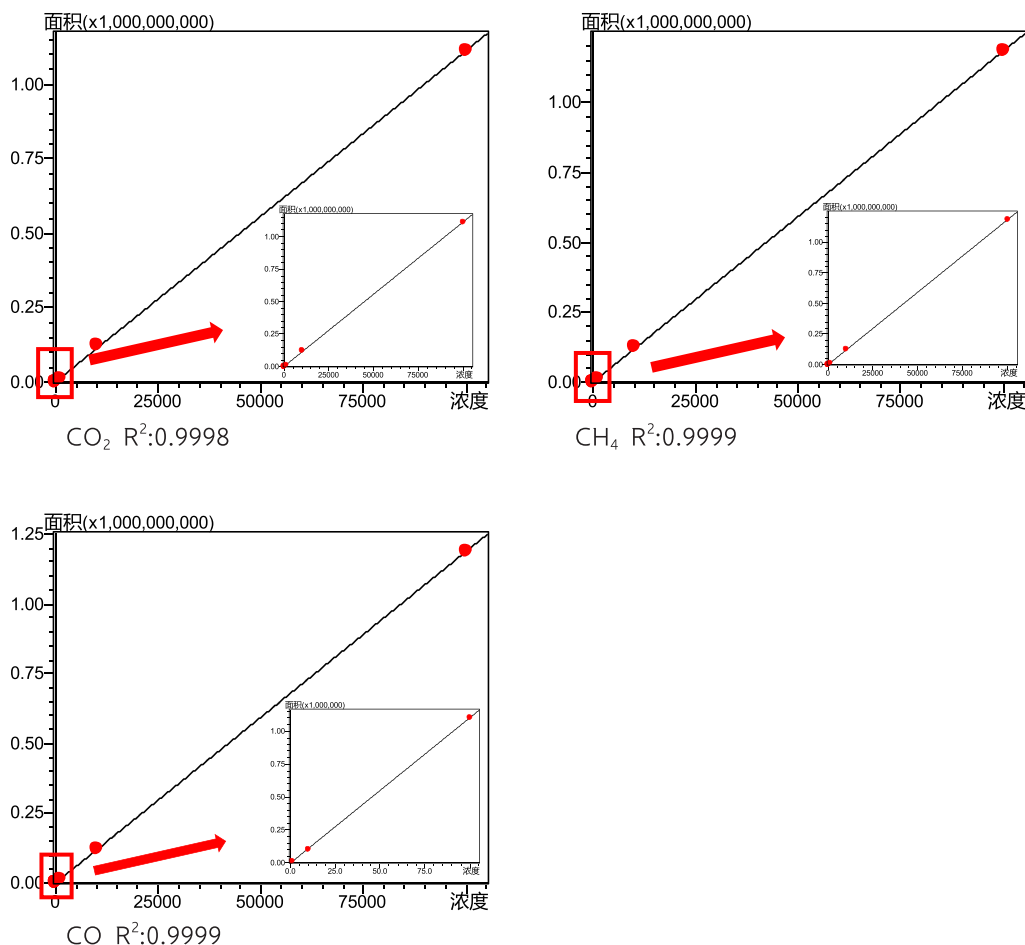


图 2 气体组分标准曲线

■ 结论

本文使用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合新一代甲烷转化炉 (Jetanizer) 结合 FID 建立了一种一次测定乙烯丙烯中微量和常量的 CH₄、CO 和 CO₂ 的分析方法。使用 6 种不同浓度的标气, 均进行 5 次平行测定, 各组分峰面积重现性均 < 1%, 重复性良好。本方法中各组分从 1 μL/L-10%, R² > 0.999, Jetanizer 线性范围宽。CH₄、CO 和 CO₂ 的最低检测限分别为 0.039 μL/L, 0.054 μL/L 和 0.189 μL/L, 转化效率可达 95% 以上。可满足一次性分析乙烯丙烯中微量和常量的 CH₄、CO 和 CO₂ 分析检测要求。

岛津应用云

