

关于气体纯度对色谱仪影响的认识

赵海峰, 刘贞超, 赵燕梅, 窦海妮

(二滩水力发电厂, 四川 攀枝花 617000)

摘要:通过对二滩水电厂 GC-14B 气相色谱仪调试过程中出现的故障进行分析, 并及时处理, 阐述了气体纯度对气相色谱仪的影响, 为同类设备出现类似故障提供参考。

关键词: GC-14B 气相色谱仪; 火焰电离探测器; 气体纯度

Abstract: The failures occurring in the commissioning process of GC-14B gas chromatograph in Ertan Hydropower Station are analyzed and then they all have been treated well in time. The impact of gas purity on gas chromatograph is introduced which can provide a reference for the similar equipment.

Key words: GC-14B gas chromatograph; flame ionization detector (FID); gas purity

中图分类号: TH833 **文献标志码:** B **文章编号:** 1003-6954(2010)05-0093-03

二滩水电厂使用的两台 GC-14B 气相色谱仪 (主机系日本岛津生产) 近期进行了一次维护调试。

整个调试过程为常规维护: 更新“N₂、H₂ 自动延时关闭装置”; 两台“H₂ 发生器”干燥管更换硅胶; 1号 GC-14B 更换 01 柱; 2号 GC-14B 更换 502 柱、转化柱; 更新转换炉温控仪。更新项目完毕后, 按顺序向仪器通 N₂ 和 H₂ 燃气, 将 GC-14B 色谱仪主机开启, 仪器升温, 待温度稳定后, 通入空气, 当各气路气体压力正常后, 即进行“点火”操作。此后仪器出现未预料到的异常, FID 检测器输出值极大, 将衰减器 (信号缓冲器) 档位旋至“256”档, 调节基流补偿至最大也不能使记录仪指针置“零”位 (测试 FID 输出值电位达 1 000 mV), 即出现本底值极大的情况。

观察各仪器载气、H₂ 燃气压力, 相关温度值都系正常值。两台 GC-14B 色谱仪都出现本底值极大的状况, 在此状态下, 仪器是不能进行正常的色谱分析工作。为了查明问题的症结, 就此进行如下剖析。

1 仪器原理简介

GC-14B 系统结构如图 1 所示。

GC-14B 色谱仪各气路如图 2 所示。

2 原因查找及分析

2.1 排除新换 01 柱、502 柱、转化柱的影响

新更换的色谱柱和转化柱是提前进行装柱并进行了充分老化, 而且验证色谱柱和转化柱分别满足实验要求。将换下来的旧色谱柱和转化柱重新换上, 并检查其密封性, 经过活化, 在同样的试验条件下开机, 仪器仍然出现同样的状况, 可以认为新色谱柱、新转化柱本身是没问题的。

2.2 载气的影响

两台仪器同时出现 FID 收集极本底值较高的情况, 说明可能是气路出现了问题而导致燃烧室内燃烧

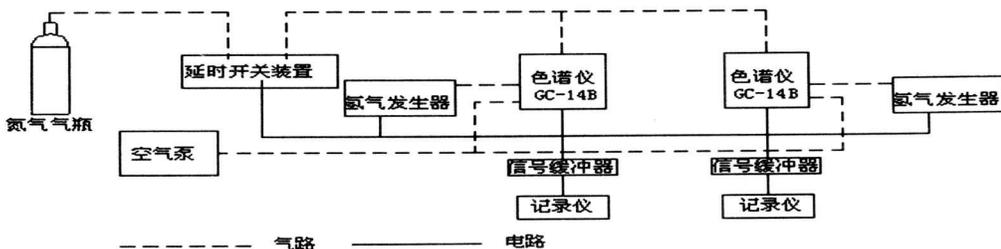


图 1 GC-14B 色谱仪各装置连接示意图

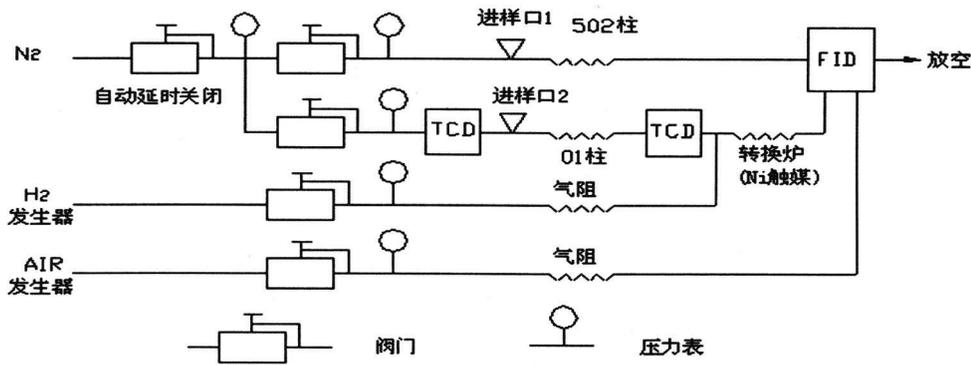


图 2 GC-14B 色谱仪气路示意图

不理想。经过检查后,证明各气路均连接正确,无漏气现象,发现氮气钢瓶中瓶压为 1 MPa,经减压阀后输出压力为 0.5 MPa。色谱仪所用的氮气应满足氮气瓶瓶压大于 3 MPa,纯度为 99.998%,杂质含量(体积分数):氮 $<1 \times 10^{-6}$,氧 $<1 \times 10^{-6}$,氩 $<10 \times 10^{-6}$,二氧化碳 $<1 \times 10^{-6}$,水 $<5 \times 10^{-6}$,甲烷 $<1 \times 10^{-6}$ 。当瓶压过低时,瓶内气体水分较重,造成 502 色谱柱、01 色谱柱受潮,柱效降低,甚至失效;同时载气中水分过高,会导致 FID 燃烧室中温度有所降低(不能达到理想温度),燃烧状况较差,离子定向运动减弱,使 FID 检测器的灵敏度下降。

鉴于上述情况,将此氮气瓶更换成新购买的氮气瓶(其内部压力 >12.5 MPa)。

2.3 氢燃气的影响

氢燃气的纯度对燃烧室环境有着重要影响,对于作为燃气的氢气,纯度至少为 99.995%,杂质含量(体积分数):氮 $<1 \times 10^{-6}$,氧 $<5 \times 10^{-6}$,二氧化碳 $<1 \times 10^{-6}$,水 $<5 \times 10^{-6}$,总烃 $<1 \times 10^{-6}$,其中有机杂质会使 FID 收集极基流激增,噪声加大,本底值大增,使得色谱仪不能进行微量分析。

经分析,两台 H₂ 发生器干燥管中更换的硅胶均取自玻璃干燥器内,主要用于干燥其他化学试剂,因而干燥管中的硅胶很可能被“化学试剂”污染。当 H₂ 发生器所产生的氢气流经“干燥管”时被硅胶污染,含极性物质,当气体再进入转化柱中,将转化柱中的镍触媒污染(即中毒),流经转化柱的气体仍带有极性物质,这些物质被带入了 FID 燃烧室中。仪器“点火”促使燃烧室核心“离子室”构成高温环境,这些物质在这里被极化(即发射极与收集极之间加有极化电压),形成离子流定向运动,大大提高了 FID 本底值。此时调节基流补偿电位至最大也不能抵消

其本底值,从而 FID 就无法正常工作。

3 问题的处理

(1) 将两台氢气发生器干燥管中的硅胶全部更换成新硅胶。

(2) 转化炉重新更换镍触媒并进行活化约 6 h。

(3) 对于同样受到污染的 01 柱和 502 柱重新进行活化,打开 GC-14B 色谱仪的加热器,将 502 柱色谱柱尾端放开(与检测器断开)后提高柱温至 110 °C,活化试验 5 h。

在检查各气路连接良好和各电路接触完好后,重新打开气路,色谱仪开机,稳定后,调节双笔记录仪,指针能够正常指零。用万用表检查 FID 信号,输出电压属于正常范围。

4 结论

载气、燃气纯度对色谱仪性能影响很大,特别是氢燃气的纯度对 FID 检测器本底值影响极大。为保证载气和 H₂ 燃气的纯度,在气相色谱仪的日常维护中应注意以下环节:①观察 N₂ 载气瓶压力的变化,当气瓶压力 <3 MPa 时,应及时更换 N₂ 气瓶(压力满足要求的)。② H₂ 发生器的干燥硅胶应专用化,不得使用与其它化学试剂接触过的硅胶。这样可以提高色谱仪灵敏度,延长色谱柱、气路控制部件及整台仪器的寿命。

参考文献

- [1] 《电力用油、气标准汇编》委员会,等.《电力用油、气标准汇编》[S].北京:中国标准出版社,2005.
- [2] 庞增义.选择气相色谱仪使用气体纯度的原则[J].分析仪器,2002(4):36-38. (收稿日期:2010-10-07)