

使用安捷伦 490 Micro GC 进行矿井安全的现场快速分析

应用简报

微型气相色谱，矿井气体分析，矿井安全

作者

Darren Brady
矿业安全检测和研究中心
(SIMTARS) / 昆士兰
古德纳市 澳大利亚

Remko van Loon
安捷伦科技有限公司
米德尔堡 荷兰



摘要

当今，大量造成众多死亡的矿井事故时有发生。这一事实明确强调了矿井日常作业的早期危险预警或者矿难发生后对井下空气进行快速准确测定的重要性。本应用报告介绍了使用安捷伦 490 Micro GC 配置四条独立色谱通道在 100 秒内完成井下空气的现场快速分析。



Agilent Technologies

前言

我们都能回忆起某些新闻报道发生的矿难事故，有的还会造成许多人死亡。因此，出于多种安全因素考虑，对井下空气进行快速分析、进行早期预警对矿井日常作业非常重要。此外，在发生矿井事故后，对井下气体进行一个全面的扫描是决定何时进入矿井进行安全救援的重要前提。

首先，检查井下环境中的爆炸性气体非常必要。在煤层的形成过程中，某些气体，主要是甲烷和乙烷以及氢气被捕集在煤层中。在煤层被开采的过程中，这些气体被释放出来。甲烷和其他爆炸性气体在与空气中的氧气混合达到适当的比例时会非常容易爆炸。为了防止爆炸危害，对可燃性气体如甲烷、氢气和 C2 的碳氢化合物进行监测非常必要。

对井下气体进行分析的另一个原因是确保井下气体中无一氧化碳并且确保氧气和二氧化碳的浓度在适当的水平，这对矿井工人和救援人员的安全是至关重要的。

第三，对井下气体进行监测可有效防止自燃或者进行火险早期警报。当煤层内部由于化学反应释放的热量生成速度高于向周围环境散发的速度时，就会发生自燃。当温度高于 100 °C 时会生成氢气和乙烯。当这些气体以低浓度存在时会对火灾或者温度上升起到早期警示作用。这就提高了成功应对突发问题的几率。

澳大利亚昆士兰矿业安全检测和研究中心 (SIMTARS) 20 年以来，一直向采矿行业提供和支持以气相色谱为基础的分析系统，同时向矿业公司提供服务、支持和培训，以降低矿井爆炸的风险并在矿难过后提供帮助。出于以上三方面的原因，SIMTARS 使用安捷伦的 490 Micro GC 对地下矿井的采集气体提供完全、快速的现场分析。

Micro GC 方法建立和条件确定

用于进行矿井气体分析的 490 Micro GC (部件号 G3581A) 是一个由四个独立的色谱通道组成的柜机。每个通道都是一个完整的微型气相色谱，配有电子载气控制，微机械进样口，窄口径分析色谱柱和微型热导检测器 (μ TCD)。



图 1. 安捷伦 490 Micro GC，具备四个独立的色谱通道

第一个通道装载一根 10 米长的 CP-MolSieve 5Å 色谱柱，以氩气为载气，可以进行氦气、氢气、氧气和氮气的分析。第二个和第三个通道装载的色谱柱和第一个通道相同，也是 10 米长的 CP-MolSieve 5Å 色谱柱，但可以进行反吹设置，以氦气为载气，分析甲烷、一氧化碳。第四个通道装载一根 10 米长的 PoraPLOT U 色谱柱，用于乙烷和乙烯的分析。表 1 为所有通道的分析条件汇总。

安捷伦 EZChrom 色谱数据软件用于数据采集，专门为采矿工业定制的 SIMTARS EZGas Professional 软件用于校准和生成结果。分析结果直接输出到 SIMTARS 开发的软件包 Segas Professional 中，进行进一步的可燃性计算、燃烧率和趋势分析。

100 秒内完成矿井安全的快速分析

装载 CP-Molsieve 5Å 色谱柱的第一个通道用于进行永久性气体的分析，包括氦气、氢气、氧气和氮气。图 2 显示的色谱图中所有感兴趣的组分都实现了良好的分离。

表 1. 四通道 Micro GC 的分析条件

	通道 1 CP-Molsieve 5A 10 m	通道 2 CP-Molsieve 5A 10 m	通道 3 CP-Molsieve 5A 10 m	通道 4 PoraPLOT U 10 m
色谱柱	80 °C	80 °C	80 °C	60 °C
载气	氩气, 120 kPa	氦气, 150 kPa	氦气, 150 kPa	氦气, 100 kPa
进样口温度	50 °C	50 °C	50 °C	50 °C
进样时间	100 ms	110 ms	110 ms	90 ms
反吹时间	无反吹	10	10	无反吹
检测器灵敏度	自动	自动	自动	自动
信号反转	是	否	否	否
样品传输线温度			40 °C	
进样时间			70 秒	

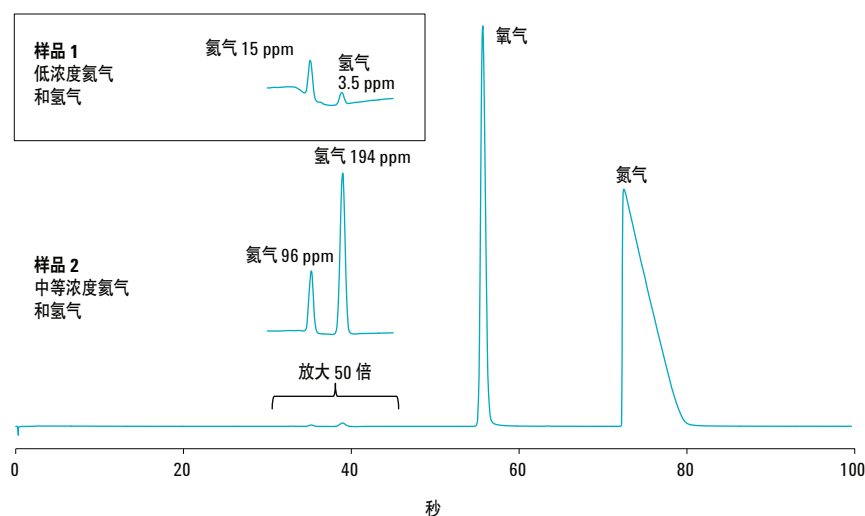


图 2. 氦气、氢气、氧气和氮气在第一个色谱通道上的色谱图

分子筛通道以氩气为载气，可以检测低浓度的氮气和氢气，与用氮气相比，氩气做载气可以将其他所有组分的检出限提高大约 10 倍。然而，矿井环境中，氧气和氮气以百分比水平存在，对这些气体的检测允许使用氩气做载气。SIMTARS 再根据氢气、氧气和氮气的结果进行可燃性计算。

氮气，通常在自然环境中以 ppm 的浓度存在，也可以通过此通道分析。在分子筛色谱柱上，氮气和氢气出峰接近，氮气分析时要避免混淆为氢气，否则将导致错误的结果即误判为发生自燃。氮气有时也用作追踪气体测试地下矿井中的气体流动轨迹。

第二个通道也装载有 10 米的 MolSieve 5Å 色谱柱，但以氩气为载气。用于分析甲烷和一氧化碳。图 3 为两个完全不同的样品的色谱图，一个为中等浓度的一氧化碳 (~ 200 ppm)，另一个样品的一氧化碳浓度非常低。从此色谱图中可看出，在不到 100 秒的时间内，甲烷和一氧化碳都获得了完美的分离和分析效果。

安捷伦定制 μ TCD 检测器的检出限通常为：早流出组分在涂壁开管柱 (WCOT) 上为 1 ppm，在多孔层开管柱 (PLOT) 和微填充柱上为 10 ppm。CP-MolSieve 5Å 为 PLOT 型色谱柱，而当一氧化碳的浓度很低时，SIMTARS 更关注的是趋势变化而非结果的准确性。即使色谱图上一氧化碳保留时间处基线的轻微的上扬也会被监测到，对矿井自燃起到早期预警的作用。

MolSieve 5Å 通道配有反吹功能，可以确保水分、二氧化碳和 C2 的烃类从出口排出，从而可以更好地维持分子筛色谱柱的分离效果。水分和二氧化碳会很快地吸附到 Molsieve 5Å 固定相上，改变色谱的出峰性能，长此以往会造成保留时间漂移和分离度的降低。

对 SIMTARS 而言，为避免爆炸性风险而进行甲烷分析和为进行可燃性鉴定而进行一氧化碳分析都是至关重要的，尤其在将 Micro GC 带入到发生矿难后的现场时更是如此。因此，在第三个通道进行了平行配置，以便可以在分析每个组分时进行优化操作并在任何时间都可以进行备份。在一根色谱柱老化的过程中，另一根可以继续进行分析。

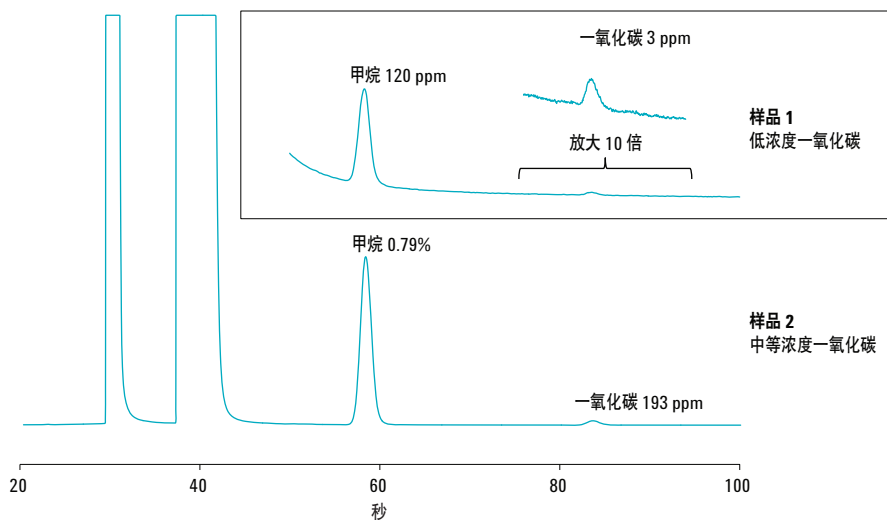


图 3. 甲烷和一氧化碳在第二个色谱通道上的色谱图

第四个通道装载了 10 米长的 PoraPLOT U 色谱柱，以氦气为载体，用于分析二氧化碳、乙烷和乙烯。图 4 为这三种化合物实现基线分离的色谱图。

适当的二氧化碳浓度对矿井工人和救援人员的安全非常重要。此外，SIMTARS 还将二氧化碳和乙烷的浓度用于可燃性计算。乙烯在煤层温度高于 100 °C 的时候生成，因此和氢气一样，都用于火灾形成的早期预警。

定量结果和保留时间良好的重复性

重复性以相对标准偏差表示，表 2 的数据显示了浓度和保留时间良好的重复性结果。基于组分含量，浓度为百分数水平的组分的 RSD 约为 0.05 %，浓度为 ppm 水平的组分的 RSD 在 0.1 到 0.6 % 范围内。所有感兴趣组分的保留时间的重复性均为 0.015 % 甚至更低。

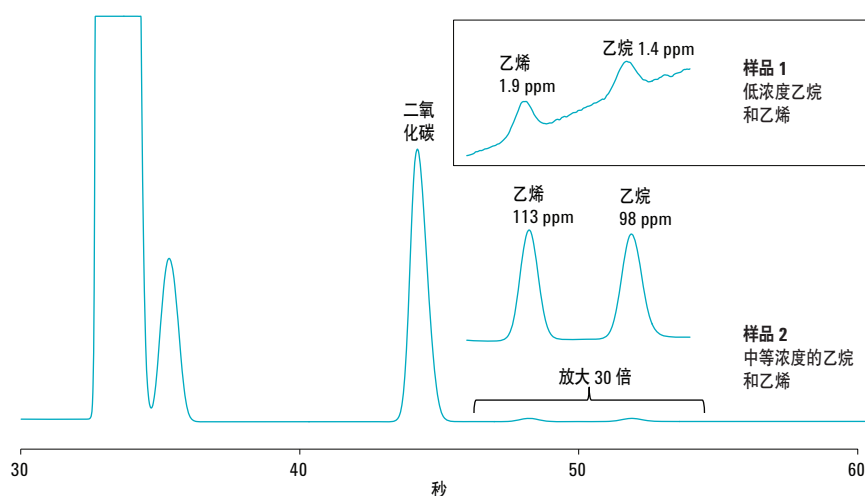


图 4. 二氧化碳、乙烷和乙烯在第四个色谱通道上的色谱图

表 2. 安捷伦 490 Micro GC 的重复性数据 (样本量为 10)

组分	色谱通道	平均浓度	浓度单位	浓度 RSD (%)	平均保留时间 (秒)	保留时间 RSD (%)
氦气	1	102.8	ppm	0.10	35.22	0.015
氢气	1	118.5	ppm	0.11	38.79	0.014
氧气	1	20.4	%	0.044	54.65	0.0088
氮气	1	72.4	%	0.056	70.00	0.011
甲烷	2 (和 3)	1.85	%	0.054	54.09	0.0087
一氧化碳	2 (和 3)	181.9	ppm	0.25	71.35	0.012
二氧化碳	4	1.91	%	0.040	43.92	0.014
乙烯	4	110.8	ppm	0.61	48.01	0.013
乙烷	4	92.3	ppm	0.25	51.62	0.013

结论

本应用报告明确指出安捷伦 490 Micro GC 是准确进行矿井安全分析的强大工具。

SIMTARS 使用 490 Micro GC 主要因为其可以为地下的矿井气体提供完全、快速的现场分析。此外，490 Micro GC 可以对那些未包含在矿井连续在线监测系统范围内的气体进行检测。

490 Micro GC 可以在 100 秒内完成矿井环境气体的分析，每小时可以生成多个数据进行准确的趋势分析，从而为矿井事故预案提供更好的支持。

此外，当发生矿井事故后，490 Micro GC 还可为 SIMTARS 提供快速可靠的结果对地下环境进行评估，以备后续救援。

更多信息

本文中的数据仅代表测定的典型结果。有关产品和服务的更多信息，请访问 www.agilent.com/chem。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012

2012 年 6 月 6 日，中国印刷

5991-0438CHCN



Agilent Technologies