

用于 Agilent 490 微型气相色谱仪的 惰性样品流路 — 低 ppm 级硫化氢 和羰基硫分析

应用简报

微型气相色谱，硫分析

作者

Remko Van Loon
安捷伦科技有限公司
荷兰米德尔堡

摘要

为了防止含硫化合物发生吸附，分析低 ppm 级物质时需要对样品流路的不锈钢表面进行去活处理。本应用简报介绍了 Agilent 490 微型气相色谱仪与完全去活的进样口配合，对硫化氢和羰基硫的分离、低浓度检测和分析性能。



Agilent Technologies

前言

低 ppm 级分析

痕量气体分析是业界当今面临的一大挑战。对低组分浓度的分析能力有助于改善质量控制，提供更可靠的结果。用户需要快速获得准确的气体分析结果，因此安捷伦改进了产品质量，使 Agilent 490 微型气相色谱仪这一气体分析平台达到更低的检测限 [1]。

这种改进的一个具体表现，是对不锈钢表面进行 UltiMetal 去活处理。在用于含硫化合物的低 ppm 级分析时，这些不锈钢表面需要经过去活处理，以免发生吸附。

实验部分

为了满足气体应用要求，您可以为 490 微型气相色谱仪配备一至四个独立控制的色谱柱通道。每个色谱柱通道均是一个完整的微型化气相色谱仪，配备有：

- 电子载气控制装置
- 微机械进样器
- 窄径分析柱
- 微型热导检测器 (μ TCD)

这一设置可实现快速气体分析，运行时间通常为 30 至 90 秒。

本实验采用配备有 J&W PoraPLOT U 色谱柱通道的 Agilent 490 微型气相色谱仪（部件号 G3581A）。微型气相色谱系统易于操作，仅需几个设置即可完成方法运行。表 1 列出了本研究所采用的设置。

表 1. 方法运行需要的少量设置

Agilent 490 微型气相色谱仪

色谱柱	Agilent J&W PoraPLOT U (10 m)
进样器温度	50 °C
柱温	80 °C
色谱柱压力	150 kPa, 氦气
进样时间	200 ms
样品输送管温度	50 °C
采样时间	10 s

配备 UltiMetal 表面去活处理的改进的进样口设计

该系统的进样口设计经过改进（图 1），仪器后部有一个 1/16 英寸的固定加热样品接头，仪器前部还有一个可选的不加热进样口。全新进样口采用专有的 Agilent UltiMetal 技术对样品流路的金属表面进行去活处理。对整个进样口进行表面处理，范围从样品接头弯管到 MEMS 进样器连接的管路。最近一次进样口改进包括真空钎焊连接（目的是尽可能减少螺帽和密封垫圈的连接），同时针对无泄漏样品管路采用无 O 形圈设计 [2]。

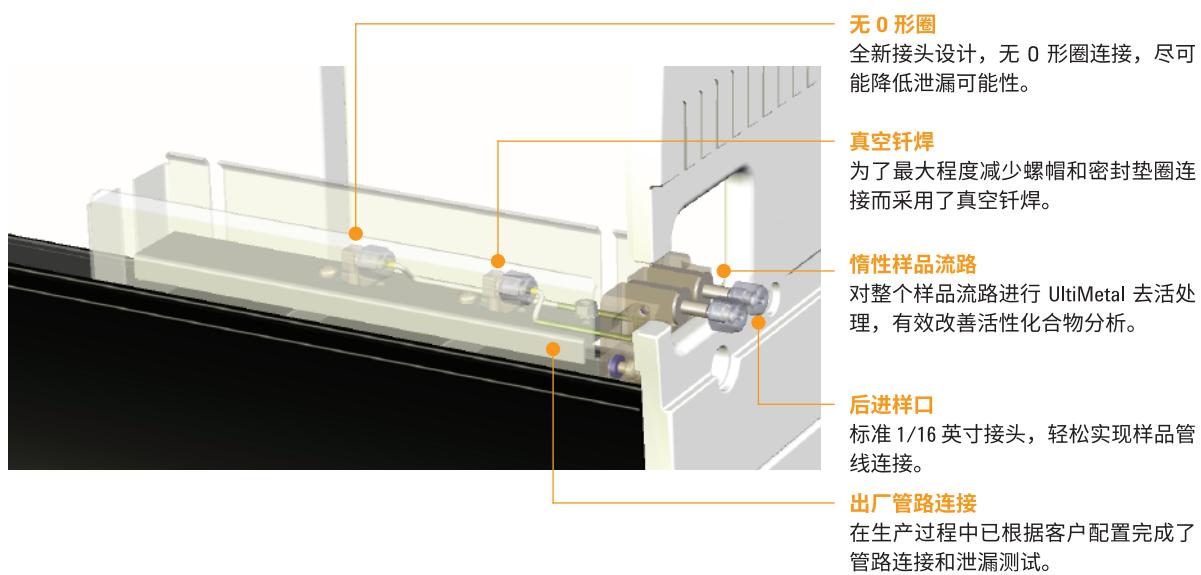


图 1. 采用改进进样口设计的 Agilent 490 微型气相色谱仪

结果与讨论

从沼气和天然气基质中分离出硫化氢和羰基硫

为了从富含能量的样品流基质（如沼气或天然气）中分离出硫化氢和羰基硫，需要使用 Agilent J&W PoraPLOT U 色谱柱。图 2 所示为这些含硫化合物在乙烷和丙烷之间的洗脱情况。硫化氢和羰基硫与沼气或天然气基质化合物的分离有助于轻松进行积分和谱峰鉴定，从而提高分析可靠性。

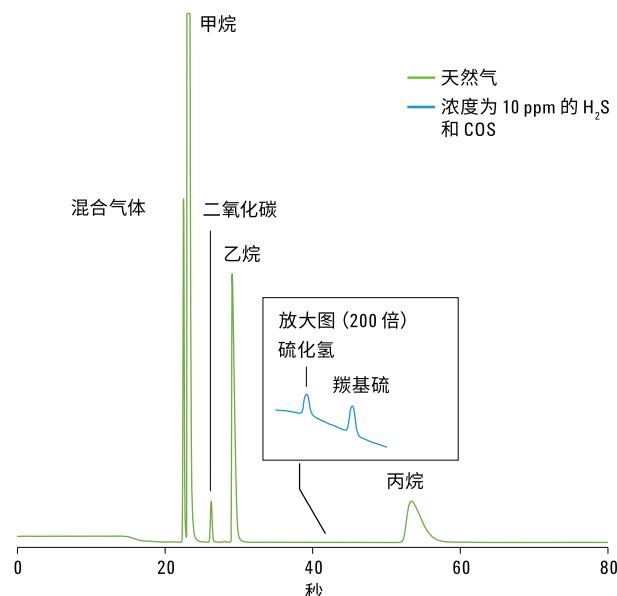


图 2. 沼气和天然气中的硫化氢和羰基与其他化合物在 Agilent J&W PoraPLOT U 色谱柱通道上的分离

安捷伦沼气和天然气分析仪（部件号 G3582A）采用相同的 PoraPLOT U 色谱柱通道和样品流路去活技术 [3,4]。因此，本应用简报中显示的结果和结论也同样适用于这类预配置和工厂调试仪器。

检测浓度低至 3 ppm 的含硫化合物

图 3 所示为 3.0 ppm 硫化氢和 3.2 ppm 硫化羰的分析结果。即使放大的色谱图中可看到基线噪音，但色谱图仍清晰显示配备惰性样品进样口的 490 微型气相色谱仪能够分析低至 ppm 级的这类含硫化合物。

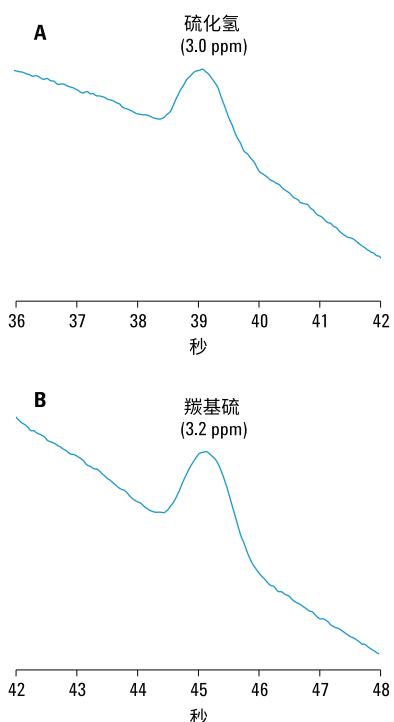


图 3. 具有惰性样品流路的 Agilent 490 微型气相色谱仪对 3 ppm 硫化氢 (A) 和羰基硫 (B) 的分析结果

出色的重现性

为了获得可靠结果，仪器重现性和检测限是分析人员重点关注的问题。为了确认仪器性能，分别在三个浓度（约 3、5 和 10 ppm）下测定浓度 (ESTD) 和保留时间 (RT) 的重现性。

根据 10 次连续运行计算出的保留时间重现性介于 0.03% 到 0.08% 之间。10 ppm 浓度和 3 ppm 浓度下的峰面积重现性（以外标浓度表示）分别为 0.5%-1.0% RSD 和 1.5%-2.5% RSD。表 2 体现了浓度和保留时间重现性方面的出色性能。图 4 所示为硫化氢在 10 ppm 浓度下五次连续运行结果的叠加图。

表 2. 由浓度 (ESTD) 和保留时间 (RT) 确定的出色重现性

硫化氢			羰基硫		
ESTD (ppm)	RSD% (ESTD)	浓度 (ESTD)	ESTD (ppm)	RSD% (ESTD)	浓度 (ESTD)
(RT)			(RT)		(RT)
3.0	2.5%	0.07%	3.2	1.5%	0.05%
5.2	1.8%	0.07%	6.6	0.78%	0.08%
10.4	0.52%	0.04%	12.0	0.99%	0.03%

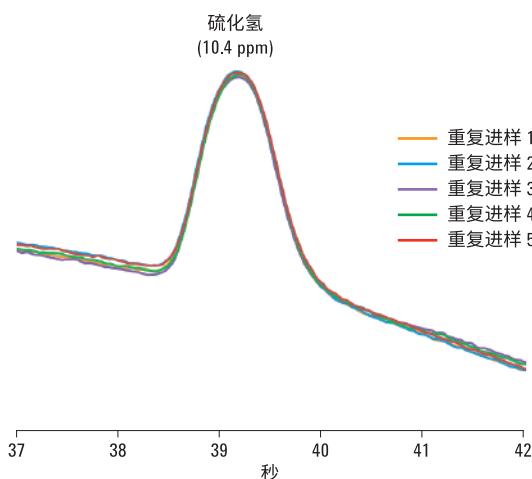


图 4. 10 ppm 硫化氢五次重复运行的叠加图

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的详细信息，请访问我们的网站 www.agilent.com。

结论

Agilent 490 微型气相色谱仪的全新进样口设计配合安捷伦专有的 UltiMetal 不锈钢表面去活处理，可对低 ppm 级含硫化合物进行准确分析。采用具有 Agilent J&W PoraPLOT U 色谱柱通道的 Agilent 490 微型气相色谱仪，可对浓度低至 3 ppm 的硫化氢和羰基硫进行分析，并获得出色的浓度 (1.5%-2.5% RSD) 和保留时间 (0.03%-0.08% RSD) 重现性。

490 微型气相色谱仪的快速分析能够快速提供可靠结果，实现更优异、更快速的产品和过程质量控制。

参考文献

1. Fast and Reliable Trace Gas Analysis – Improved Detection Limits for the Agilent 490 Micro GC (快速可靠的痕量气体分析—提高 Agilent 490 微型气相色谱的检测限)，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-6201EN (2015)
2. Agilent 490 Micro GC Solution (Agilent 490 微型气相色谱解决方案)，安捷伦科技公司产品说明，出版号 5991-6034EN (2015)
3. 使用 Agilent 490 微型气相色谱沼气分析仪分析沼气，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5990-9508CHCN (2011)
4. 使用 Agilent 490 微型气相色谱天然气分析仪快速分析天然气，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-0275CHCN (2012)

www.agilent.com

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，2015
2015 年 9 月 15 日，中国出版
5991-6241CHCN



Agilent Technologies