

基于反吹至检测器通道的一分钟 NGA 分析

作者

Jie Zhang
安捷伦科技有限公司

前言

天然气分析是 Agilent 490 微型气相色谱仪的主要应用。目前，有四种不同配置的 NGA 分析仪可满足各种 NGA 分析要求。应用简报 5991-0275 列出了目前可用的分析仪配置、其目标 NGA 组分和典型分析时间。490 微型气相色谱 NGA 分析仪的总分析时间通常由将重烃从 5CB 色谱柱中洗脱出来的时长决定。基质越复杂，烃类越重，则分析时间越长。如果分析时间不够长，之前进样的较重组分会干扰随后进样组分的基线。这便是为何分析含 C12 组分的样品需要 200–300 秒。

对重于 C6（高达 C9 甚至 C12）的组分，某些客户关注每种重组分的详细归属及相应浓度，而另外一些客户只需要了解 C6 和 C6+ 组分的总浓度。在后一种情况下，就无需分离每种重组分。

对于只关注 C6 及更重组分总浓度且十分在意分析速度的客户，有一种色谱柱通道能够快速完整地洗脱 C6/C6+ 组分而不干扰同一根色谱柱中轻烃（如丙烷、异/正丁烷及新/异/正戊烷）的分离。这使得反吹至检测器通道结合专用于甲烷分析的现有通道的方法得以发展，由此产生了一种能够更快分析 NGA 的全新配置，总分析时间不超过 60 秒。

仪器

490 微型气相色谱 NGA 分析仪的配置包括一个直型 Hayesep 通道和一个 CP-Sil 5CB 反吹至检测器 (BF2D) 通道。

在 HSA 通道上进行空气、C1 和 C2 组分的分离。图 1 为 Hayesep 通道上 NGA 样品的色谱图，分析在 60 秒内完成。

表 1. HSA 和 BF2D 5CB 通道上进行 NGA 分析的详细方法

通道类型	40 cm, 直型 Hayesep	8 m BF2D CP-Sil 5CB
载气	氮气	氮气
进样器温度	110 °C	110 °C
进样时间	40 ms	40 ms
柱头压	280 kPa	150 kPa
柱温	80 °C	72 °C
BF 时间	无	6 s

样品

峰编号	组分	浓度
1	N ₂	5%
2	CH ₄	配平
3	CO ₂	1.50%
4	C ₂ H ₆	9%
5	<i>n</i> -C ₆ H ₁₄	0.10%
6	C ₃ H ₈	6%
7	<i>i</i> -C ₄ H ₁₀	3%
8	<i>n</i> -C ₄ H ₁₀	2%
9	<i>i</i> -C ₅ H ₁₂	0.50%
10	<i>n</i> -C ₅ H ₁₂	0.50%

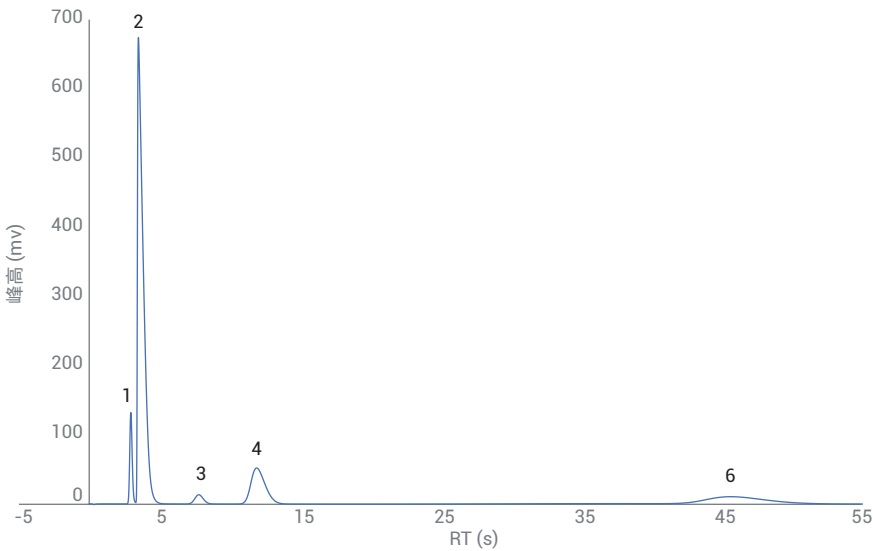


图 1. 氮气、甲烷、二氧化碳和乙烷在直型 HSA 通道上的分离

图 2 为在 8 m 长的 BF2D 5CB 通道上分离的 C6/C6+ 组分、丙烷、异丁烷、正丁烷、异戊烷和正戊烷的色谱图。C6 和 C6+ 组分首先被预柱捕集，随后被反吹经过参比柱到达 TCD，最终得到了一个峰，如色谱图所示（峰 5）。将峰实时倒转为正峰，以便在 490 微型气相色谱仪的仪器控制软件中轻松实现积分：Agilent OpenLab CDS、OpenLab ChemStation、OpenLab EZChrom 以及用于 490-PRO 微型气相色谱仪的 Prostation。信号倒转功能专为反吹至检测器通道设计，在预设时间范围内即可实现。与之前仅适用于总运行时间的信号倒转功能相比，这种新功能更加灵活。

调整反吹 (BF) 时间，确保目标烃类完全进入分析柱，且 C6/C6+ 组分未进入分析柱时即反吹至预柱。出厂前已根据给定的一系列条件对 BF 时间进行了调整。客户可以根据自己的测试参数，将其作为参考/起点进一步优化。在本实验中，BF 时间为 6 秒，总分析时间低于 60 秒，C6/C6+ 组合峰以及空气/甲烷、丙烷、异/正丁烷和异/正戊烷峰均得到了良好分离。

表 2 列出了两个通道中单个组分的保留时间 (RT) 和峰面积重现性。峰面积重现性 (RSD) 约为 0.1%。RT 重现性介于 0.03% 和 0.1% 之间，证实了新配置优异的重现性。这样的精度保证了定性和定量分析结果的高可信度。

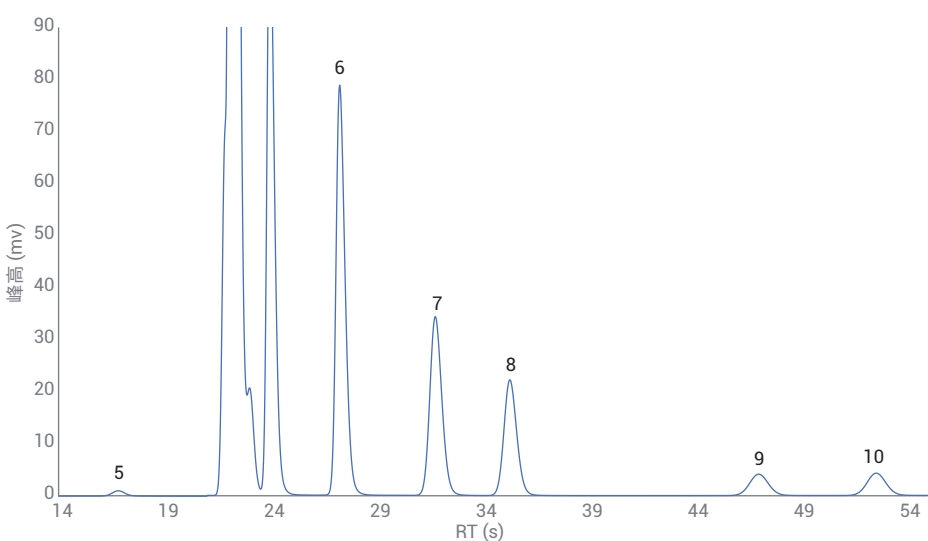


图 2. C6/C6+ 化合物、丙烷、异丁烷、正丁烷、异戊烷和正戊烷的色谱图

表 2. 使用 BF2D 配置得到的 15 次进样的 RT 和峰面积重现性

化合物	RT (min)	RT RSD%	峰面积 (mv*s)	峰面积 RSD%
氮气	0.049	0.1	24.03	0.06
甲烷	0.058	0.071	321	0.06
二氧化碳	0.128	0.041	9.60	0.12
乙烷	0.193	0.034	62.00	0.09
丙烷	0.455	0.034	34.48	0.12
异丁烷	0.531	0.034	19.80	0.12
正丁烷	0.589	0.032	13.59	0.12
异戊烷	0.786	0.032	3.71	0.12
正戊烷	0.879	0.031	3.92	0.13
C6/C6+	0.282	0.030	0.62	0.14

如果在扩展型 NGA 分析仪 A 上运行相同样品，分析时间通常为 200 秒左右（根据 AN:5991-0257，最高正十二烷）。BF2D 配置的分析速度比扩展型分析仪 A 快 60% 左右。表 3 为扩展型 NGA 分析仪 A 和 BF2D 配置的定量分析结果和热值计算结果。高浓度组分定量分析结果的差异小至 0.03%。C6/C6+ 组分定量分析结果的差异低至 0.3%，如表 3 所示。遵循 ISO 6976 标准计算出的扩展型 NGA 分析仪 A 和 BF2D 配置的热值差异可忽略不计。

结论

结合新型 CP-Sil 5CB 反吹至检测器通道和直型 Hayesep 通道开发出了一种天然气分析仪。这是基于 490 微型气相色谱仪平台最快速的 NGA 分析仪。它能提供 C6/C6+ 组分的总浓度以及 NGA 中空气、甲烷、二氧化碳和 C2-C5 化合物的详细信息。需要快速可靠的 NGA 分析解决方案的客户可以将其作为首选。

参考文献

1. 使用 Agilent 490 微型气相色谱天然气分析仪快速分析天然气，出版号 5991-0275CHCN

表 3. 基于扩展型 NGA 分析仪 A 和 8 m CP-Sil 5CB BF2D 通道的 C3-C5 烃类定量分析结果和 NGA 热值

化合物	扩展型 NGA 分析仪 A 测得的 ESTD 浓度	BF2D 通道测得的 ESTD 浓度		定量分析结果比较 (%)	
丙烷	6.0000	6.0056		99.91%	
异丁烷	3.0005	3.0015		99.97%	
正丁烷	2.0004	2.0012		99.96%	
异戊烷	0.50011	0.50024		99.97%	
正戊烷	0.49989	0.49982		100.01%	
C6/C6+	0.10059	0.10025		100.34%	
热值	单位	传统		反吹至检测器	
		干燥	饱和	干燥	饱和
压缩系数		0.9968	0.9962	0.9968	0.9962
相对水摩尔质量	%		2.31		2.31
摩尔质量	kg/kmol	21.2939	21.2182	21.2953	21.2195
相对密度，理论值		0.7352	0.7326	0.7353	0.7327
相对密度，实际值		0.7373	0.7351	0.7374	0.7352
气体密度，理论值	kg/m ³	0.8852	0.8821	0.8853	0.8821
气体密度，实际值	kg/m ³	0.8881	0.8854	0.8881	0.8855
高位热值（实际体积）	MJ/m ³	44.06	43.07	44.07	43.07
低位热值（实际体积）	MJ/m ³	39.98	39.08	39.98	39.08
高位热值（理论体积）	MJ/m ³	43.92	42.91	43.93	42.91
低位热值（理论体积）	MJ/m ³	39.85	38.93	39.85	38.93
高位热值（质量）	MJ/kg	49.62	48.64	49.62	48.64
低位热值（质量）	MJ/kg	45.02	44.13	45.02	44.13
高位热值（摩尔）	kJ/mol	1056.56	1032.15	1056.63	1032.22
低位热值（摩尔）	kJ/mol	958.58	936.44	958.64	936.5
沃泊指数（实际）	MJ/m ³	51.32	50.24	51.32	50.24
低位沃泊指数	MJ/m ³	46.56	45.58	46.56	45.58

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：
800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：
LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：
www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。