

使用配备气体进样阀的 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪进行轻质烃分析

使用气体进样阀和气相色谱检测器分流器进行重现性研究

作者

Abbey Fausett
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报介绍了一种使用 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪分析标准烃类气体混合物的方法。该系统包括一个气体进样阀、一个柱后 D1/D2 检测器分流器芯片，以及火焰离子化检测器 (FID) 和热导检测器 (TCD)。流路中两个检测器的保留时间和峰响应结果相差无几。

前言

可以使用各种技术（包括气体进样阀）将样品引入气相色谱仪。Intuvo 9000 气相色谱仪适合此种采样类型，并具有单独的六通气体进样阀。此功能可在分析工艺流、压缩气体或其他已处于气体形态的样品类型时实现更小的实验室占用空间。将柱后样品分流到第二检测器，可通过扩展校准范围或提高分析选择性提高分析效率。配有气体进样阀和 D1/D2 检测器分流器芯片的 Intuvo 9000 气相色谱仪与 Agilent J&W HP-PLOT 色谱柱结合使用，为气体样品的可靠分离和定量提供了体积小巧且更为高效的选择。

本应用简报介绍了使用 Intuvo 9000 气相色谱仪主机上配置的气体进样阀和压缩气体标准品获得的结果重现性。

样品前处理

本重现性研究无需进行样品前处理。使用安捷伦炼厂气测试样品（部件号 5080-8755）对系统进行测试。装有气体混合物的气瓶通过流路选择器进行自动连接。表 1 列出了化合物及其近似浓度。

实验部分

仪器

Intuvo 配置	
气体进样阀	6 通, 0.1 mL 定量环
进样口	分流/不分流
进样口衬管	超高惰性, 带玻璃毛 (部件号 5190-2295)
Intuvo 流路	芯片式保护柱 (部件号 G4587-60565) 进样口芯片式流路 (部件号 G4581-60031) D1/D2 气相色谱检测器分流器 (部件号 G4588-60402)
分析柱	Agilent J&W HP-PLOT AL203 M, 50 m × 0.32 mm × 8.0 μm
检测器 1	火焰离子化检测器 (FID)
检测器 2	热导检测器 (TCD)

Intuvo 操作条件	
气体进样阀 (辅助加热 1)	150 °C
定量环载样时间 定量环进样时间	0.5 分钟 0.5 分钟
进样口	150 °C, 分流比 200:1, 隔垫吹扫 3 mL/min
芯片式保护柱	炉温跟踪模式
总线温度	225 °C
分析柱	氮气流速 37.3 psig (5 mL/min)
柱温箱	75 °C, 不保持 以 15 °C/min 的速率升温至 175 °C, 保持 1 min 总运行时间 = 7.67 min
FID 设置	250 °C 氢气 = 30 mL/min 空气 = 400 mL/min 补偿气 (N ₂) = 25 mL/min
TCD 设置	200 °C 参比气 = 10 mL/min 补偿气 = 5 mL/min

表 1. 安捷伦炼厂气测试样品组成

化合物	浓度 (%)
甲烷	5
乙烷	10
乙烯	1
丙烷	5
丙烯	1
异丁烷	10
正丁烷	5
反式-2-丁烯	5
1-丁烯	10
顺式-2-丁烯	5
异戊烷	2
正戊烷	1
氢气	15
氮气	15
二氧化碳	5
一氧化碳	5

结果与讨论

在本评估过程中，使用气体进样阀和集成式流路选择器自动进行了 30 次重复进样。J&W HP-PLOT AL203 M 色谱柱不能分离标准品中的永久性气体，FID 也无法对其进行检测。出于这些原因，统计中不包括氢气、氮气、二氧化碳和一氧化碳。图 1 显示了使用 FID 和 TCD 获得的色谱图，表 2 所示为重现性统计数据。在 TCD 中，永久气体与甲烷共洗脱，此峰的数据中还具有一些其他差异。

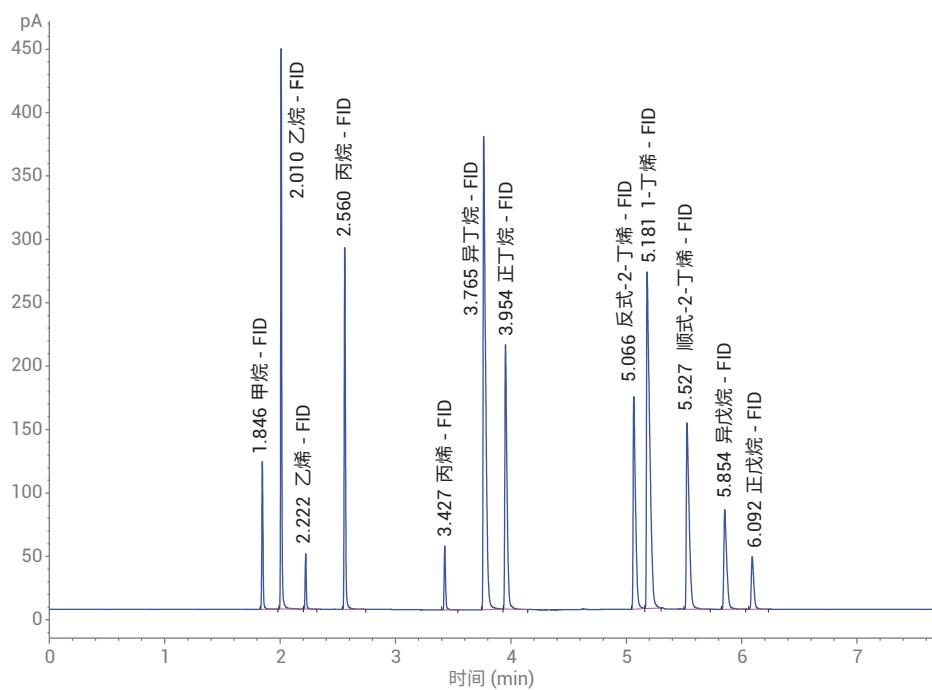


图 1A. 带保留时间和化合物标记的 FID 色谱图

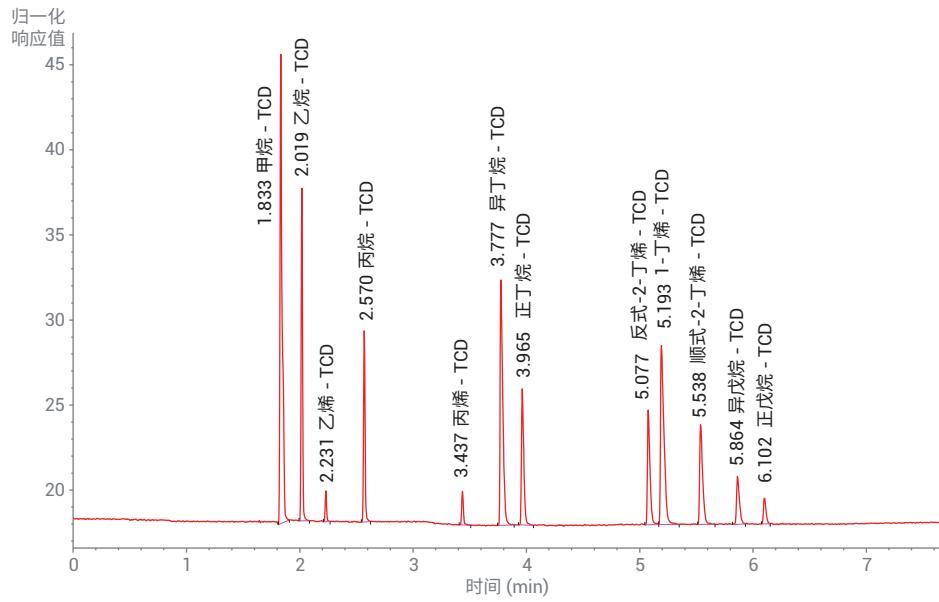


图 1B. 带保留时间和化合物标记的 TCD 色谱图

结论

配备单独气体进样阀和 Agilent J&W HP-PLOT 色谱柱的 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪可在气流分析中提供一致的结果。对柱后 D1/D2 检测器分流器进行了同步检测评估，在流路中两个检测器得到了类似的保留时间和峰响应结果。采用智能关键技术的 Intuvo 9000 气相色谱仪消除了对流路配置、复杂计算和多色谱柱安装的需求，从而使工作流程效率提升至全新水平。

表 2. 使用 TCD 和 FID 检测器获得的烃类化合物重现性结果

化合物	TCD - RT	TCD - 峰面积	TCD - 峰高	FID - RT	FID - 峰面积	FID - 峰高
甲烷	0.00%	2.89%	3.99%	0.01%	1.05%	1.01%
乙烷	0.01%	0.93%	0.92%	0.02%	1.08%	1.02%
乙烯	0.02%	3.07%	1.25%	0.02%	1.27%	1.03%
丙烷	0.02%	1.20%	1.02%	0.02%	1.06%	1.02%
丙烯	0.04%	3.34%	1.29%	0.04%	1.06%	1.07%
异丁烷	0.03%	1.26%	1.07%	0.03%	1.10%	0.88%
正丁烷	0.03%	1.38%	1.05%	0.03%	1.24%	1.03%
反式-2-丁烯	0.05%	1.48%	1.12%	0.05%	1.20%	1.09%
1-丁烯	0.05%	1.32%	1.06%	0.05%	1.11%	1.14%
顺式-2-丁烯	0.05%	1.78%	1.27%	0.05%	1.21%	1.26%
异戊烷	0.04%	2.20%	1.38%	0.04%	1.26%	1.21%
正戊烷	无数据	无数据	无数据	0.04%	1.54%	1.49%

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。

© 安捷伦科技（中国）有限公司, 2019

2019 年 8 月 19 日, 中国出版

5994-1185ZHCN