

使用配备反吹至检测器选件的三通道配置 490 微型气相色谱仪对炼厂气进行超快分析

作者

Jie Zhang
安捷伦科技有限公司

前言

炼厂气产生于原油精炼工艺期间，可用作燃气或后续工艺的原料。炼厂气的来源和精炼工艺多种多样，因此炼厂气的组成也各不相同。了解炼厂气的组成对优化精炼工艺和确保产品质量至关重要。Agilent 490 微型气相色谱仪能够快速可靠地分析炼厂气 (RGA) 的组分。

用于 RGA 的 490 微型气相色谱分析仪为四通道配置：

- CP-Molsieve 色谱柱用于分析永久性气体
- CP-PoraPLOT U 通道用于分析 CO₂、乙烯、乙炔、乙烷和硫化氢 (H₂S)
- CP-Al₂O₃/KCl 通道用于分析 C3–C5 的轻饱和及轻不饱和烃类
- CP-Sil 5CB 通道用于分析 C6 和 C6+ 烃类

本应用简报展示了使用配备反吹至检测器 (BF2D) 配置的氧化铝 (Al₂O₃) 通道得到的 RGA 分析结果。分析过程中，C6 和 C6+ 组分在预柱上被捕集，目标物 C3–C5 的饱和及不饱和烃进入分析柱。随后，将经过预柱的气流反向，同时保持正吹分析柱。这将使 C6/C6+ 组分反吹经过参比柱到达热导检测器 (TCD)。可以使用一个配备 BF2D 选件的 Al₂O₃ 通道代替传统四通道配置中通道 3 和通道 4 的功能，尤其是在 RGA 质量控制和精炼工艺优化中单个重烃 (≥ C6) 的浓度结果不那么重要时。

仪器：用于 RGA 分析的三通道配置

通道 1: 10 m 长的 CP-Molsieve 5Å 通道，传统反吹配置用于分析除二氧化碳 (CO₂) 之外的永久性气体；RTS 可作为选项提供更出色的长期 RT 稳定性

通道 2: 10 m 长的 CP-PoraPLOT U 通道，传统反吹配置用于分析 CO₂、C₂ 和 H₂S。为了确保能检测 ppm 级的 H₂S，通过 Ultimet 去活处理使 490 微型气相色谱仪从样品进样口到进样器模块的整个样品流路惰性化（应用简报 5991-6241）¹

通道 3: 10 m 长的 CP-Al₂O₃/KCl 通道，BF2D 配置用于分析 C₃-C₅ 烃类以及 C₆/C₆+ 化合物的整体分析

图 1 是 CP-Molsieve 5Å 色谱柱上分离的氢气、氧气、氮气、甲烷和一氧化碳的色谱图。这是一个反吹通道，因此晚于 CO 洗脱的组分都将被反吹至放空口。

样品

峰编号	化合物	浓度 (mol/mol)
1	氢气	12.9%
2	氧气	0.098%
3	氮气	平衡
4	甲烷	4.99%
5	一氧化碳	0.989%
6	二氧化碳	2.96%
7	乙烯	2.07%
8	乙烷	3.94%
9	乙炔	1.06%
10	硫化氢	0.5%
11	丙烷	1.99%
12	丙烯	0.980%
13	丙二烯	1.01%
14	异丁烷	0.295%

峰编号	化合物	浓度 (mol/mol)
15	正丁烷	0.295%
16	反式-2-丁烯	0.303%
17	1-丁烯	0.295%
18	异丁烯	0.307%
19	顺式-2-丁烯	0.306%
20	丙炔	1.01%
21	异戊烷	0.104%
22	1,3-丁二烯	0.311%
23	正戊烷	0.097%
24	反-2-戊烯	0.098%
25	2-甲基-丁烯; 1-戊烯	0.046%; 0.104%
26	顺式-2-戊烯	0.094%
27	正己烷	0.024%

表 1. RGA 分析方法

通道类型	10 m, MS5A, BF	10 m PPU, BF	10 m Al ₂ O ₃ , BF2D
载气	氦气	氦气	氦气
进样器温度	110 °C	110 °C	110 °C
进样时间	40 ms	40 ms	40 ms
柱头压	150 kPa	150 kPa	300 kPa
柱温	80 °C	100 °C	90 °C
反吹时间	6.5 s	6.6 s	7 s

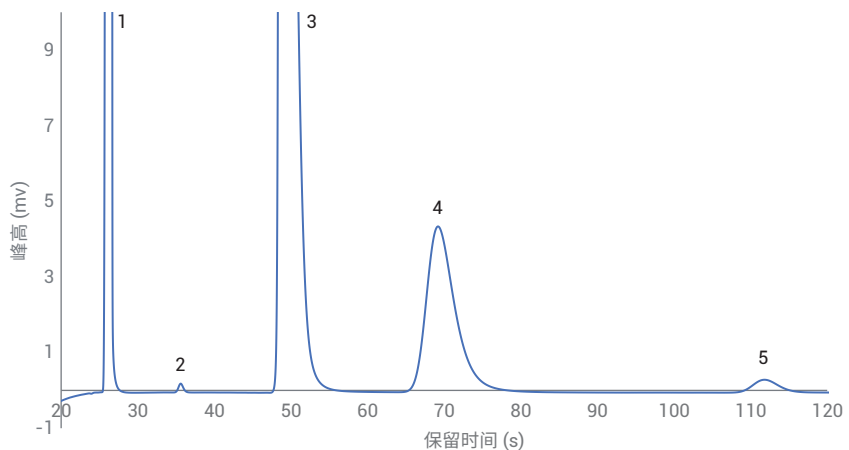


图 1. MS5A 通道上的标准气体（模拟 RGA）

图 2 是二氧化碳、乙烯、乙烷、乙炔和硫化氢的色谱图。

图 3 是 Al_2O_3 通道上的 C3-C5 饱和/不饱和烃和碳数更高的组分的色谱图。C6+ 烃类被反吹经过参比柱到达检测器。可以将结果中的负峰转换为正峰以进行定量分析。总分析时间少于 180 秒。

另外一个优势是提高了对反式-2-丁烯和 1-丁烯的分离度。由于预柱具有不同的固定相和更小的内径，所以分离效果比传统 10 m 长的 Al_2O_3 反吹通道更好。因此，当进入 Al_2O_3 色谱柱时，C3-C5 烃类的峰宽更窄，能够更有效地分离异构体。使用这种反吹至检测器通道时，第四通道无需再进行高碳数烃类分析。此外，这种设置能够防止 C6/C6+ 化合物进入 Al_2O_3 色谱柱，有效避免了重烃组分进入色谱柱对随后的分析造成潜在干扰。

表 2 列出了 BF2D 通道上的 RT 重现性；RT RSD% 介于 0.04% 和 0.09% 之间。出色的重现性保证了定量分析结果的准确性和可靠性。

结论

基于 $\text{CP-Al}_2\text{O}_3/\text{KCl}$ 反吹至检测器通道实现了对炼厂气全组分的快速可靠分析。整个分析可在三分钟内完成，出色的 RT 重

现性保证了组分鉴定和定量分析结果的准确性和可靠性。当分析速度和样品通量极为关键时，配备 BF2D 的三通道配置 RGA 分析仪是替代传统四通道配置的不错选择。

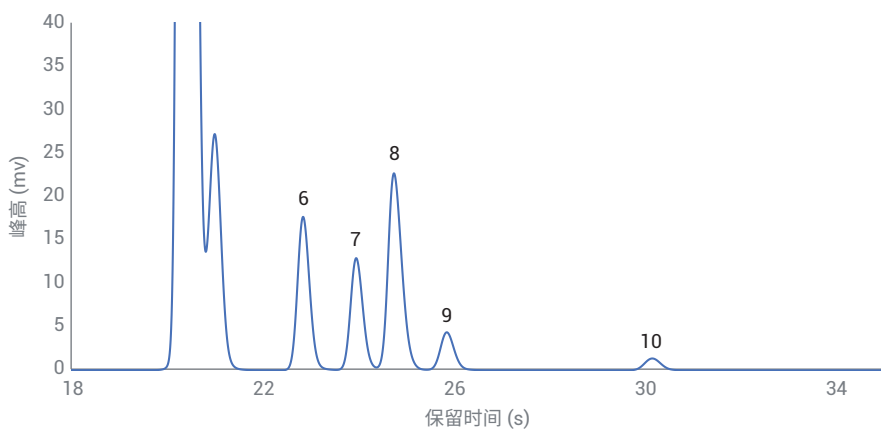


图 2. PPU 通道上的标准气体 (模拟 RGA)

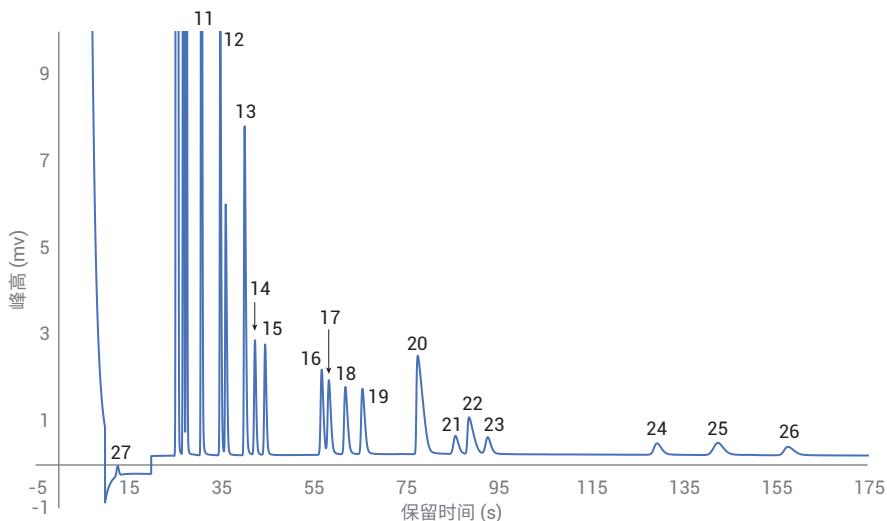


图 3. Al_2O_3 BF2D 通道上的标准气体 (模拟 RGA)

表 2. Al₂O₃ 通道上代表性化合物的 RT RSD% (30 次进样)

峰编号	保留时间 (s)							
	27	16	17	18	19	24	25	26
进样编号	C6+	反式-2-丁烯	1-丁烯	异丁烯	顺式-2-丁烯	反-2-戊烯	2-甲基-丁烯 + 1-戊烯	顺式-2-戊烯
1	12.48	56.97	58.43	62.60	66.51	129.24	142.77	157.60
2	12.48	56.99	58.45	62.62	66.54	129.30	142.83	157.67
3	12.48	56.98	58.45	62.61	66.53	129.29	142.80	157.67
4	12.49	57.00	58.47	62.63	66.56	129.35	142.86	157.75
5	12.48	57.00	58.46	62.63	66.56	129.34	142.88	157.71
6	12.48	57.03	58.50	62.67	66.60	129.44	143.02	157.87
7	12.49	57.03	58.49	62.67	66.59	129.43	142.98	157.82
8	12.49	57.02	58.49	62.67	66.59	129.42	142.96	157.83
9	12.48	57.04	58.51	62.69	66.61	129.47	143.05	157.94
10	12.49	57.03	58.50	62.68	66.60	129.41	142.96	157.82
11	12.49	57.04	58.51	62.69	66.61	129.47	143.02	157.91
12	12.49	57.07	58.54	62.72	66.65	129.51	143.13	157.96
13	12.49	57.04	58.51	62.68	66.61	129.44	143.00	157.92
14	12.49	57.04	58.51	62.69	66.61	129.45	143.00	157.86
15	12.49	57.05	58.52	62.70	66.63	129.51	143.10	157.96
16	12.48	57.06	58.53	62.71	66.64	129.53	143.08	157.97
17	12.48	57.06	58.53	62.71	66.64	129.54	143.18	158.03
18	12.48	57.08	58.56	62.74	66.67	129.57	143.18	158.08
19	12.48	57.08	58.55	62.73	66.66	129.59	143.19	158.05
20	12.49	57.08	58.56	62.74	66.67	129.60	143.20	158.08
21	12.48	57.09	58.57	62.75	66.68	129.65	143.25	158.14
22	12.48	57.07	58.54	62.72	66.65	129.57	143.19	158.04
23	12.48	57.07	58.55	62.73	66.66	129.63	143.20	158.09
24	12.48	57.07	58.55	62.73	66.66	129.59	143.20	158.06
25	12.48	57.05	58.52	62.70	66.63	129.51	143.12	157.98
26	12.48	57.07	58.54	62.72	66.65	129.56	143.13	158.02
27	12.49	57.06	58.53	62.71	66.63	129.51	143.10	157.96
28	12.49	57.04	58.51	62.69	66.62	129.49	143.03	157.91
29	12.48	57.06	58.53	62.71	66.64	129.51	143.04	157.94
30	12.48	57.05	58.52	62.70	66.62	129.46	143.04	157.88
平均值	12.48	57.04	58.51	62.69	66.62	129.48	143.05	157.92
%RSD	0.040%	0.055%	0.060%	0.063%	0.065%	0.079%	0.091%	0.087%

参考文献

1. 使用四通道配置 Agilent 490 微型气相色谱仪快速分析炼厂气，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-6241CHCN

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, 2018
2018 年 7 月 10 日, 中国出版
5994-0040ZHCN

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

