

色谱法分析氮气中常量氧

齐秀兰

[提要]: 论述气相色谱法分析氮气中常量氧的方法, 及与经典方法分析氧气相比的优点。

关键词: 气相色谱 奥氏气体分析仪 空气液化分离 氧气 氮气

在利用空气液化分离氧气、氮气的过程中, 常常要分析氧含量, 如上塔液空、污液氮、富氧空气等中的氧含量分析, 通常采用奥氏气体分析仪, 利用焦性没食子酸钾吸收气体中的氧; 或利用铜氨溶液吸收气体中的氧。虽然这种方法比较适合常量氧的分析, 操作比较简单, 仪器经济, 但由于中间控制分析频率高、取样点较多, 则有分析速度慢, 且吸收液需经常更换等缺点。根据有关资料介绍, 我们采用色谱法分析氮气中常量氧。此方法具有准确性高、速度快、适应性广等优点。

1 实验部分

1.1 分析原理

样气在载气的带动下, 进入5A分子筛柱, 由于O₂和N₂在固定相中的分配系数不同, 经过不断的吸附和解吸过程, O₂和N₂被分离开来, 然后依次进入热导池检测器。由于O₂和N₂的热导系数不同, 流经热导池时, 池体中热敏元件温度会发生变化, 从而引起其阻值的变化, 使惠斯顿电桥失去原有的平衡。这些变化引起输出电信号的改变, 输出电信号的大小与该物质的含量成正比。

1 管道内径变化引起的误差

由于工业煤气中含有大量的水蒸汽、焦油等杂质, 如果到了冬季, 对煤气管道内的排污不及时, 焦油等杂质就会大量沉积于孔板附近, 从而改变管道的内径, 会引起计量上的误差。因此我们在孔板附近加上了放散装置, 使污水等杂质可以随时从煤气管道内排出。

2 孔板的钝化及孔径的改变引起计量的误差

标准孔板在使用时, 在煤气的长久冲刷下, 其入口直角锐利度会发生钝化, 同时因时间太久, 标准孔板上会挂满了焦油等杂质, 从而改变管道的孔径, 这样就会影响到计量的准确。因此要定期清洗孔板, 同时对孔板进行校验, 对因孔板发生钝化而引起的流出系数偏差进行补偿, 通常偏差为4%。

3 煤气密度的变化影响计量的准确

引起计量误差的因素很多, 如: 煤气的压力、温度、密度、湿度等等, 其中压力和温度能够进行补偿, 而煤气密度这一参数, 是随着煤气成分的变化而变化的, 其变化范围在1.08 kg/m³~

1.20 kg/m³, 这就大大影响了计量的准确。因此需要在一定的时间内进行补偿, 通过实践和记录分析, 东北的黑龙江地区在每年的11月份至下一年的4月份之间需要补偿, 偏差大约在5%。

4 仪表选型不当影响计量的准确

应将一次差压变送器换成ST3000型(美国Honeywell公司生产)差压变送器, 此变送器量程范围大、性能稳定、零点不易变、准确度高。解决了以往1151型差压变送器零点漂移等问题, 从而提高了计量的准确性。

5 结 语

计量是国民经济和社会发展的重要技术基础, 是现代科学技术不可分割的重要组成部分。在现代化的生产过程中, 优秀的产品质量与企业效益的不断提高是企业发展壮大根本, 如果一个企业没有精确的计量仪器和恰当的测量方法就难以保证产品的质量和生产效益的不断提高。

收稿日期: 2004年2月2日

李洪伟: 北满特殊钢股份有限公司自动化部助理工程师(黑龙江富拉尔基 邮政编码: 161041 电话: 13836271299)

朱本荣: 北满特殊钢股份有限公司自动化部助理工程师(黑龙江富拉尔基 邮政编码: 161041 电话: 0452-6801638)

当O₂和N₂出峰完毕,通过纯物质定性,外标法定量,即可计算出气体中的氧气含量。

1.2 分析条件

仪器:GC4000A色谱仪一台,配电子工作站。

色谱柱:内径3 mm,长2 m不锈钢柱。

固定相:5A分子筛(60~80目)。

检测器:TCD

柱温:60℃,气化温度:150℃,桥温:130℃

载气:H₂,柱头压:0.1 MPa

进样量:1 ml

1.3 分析步骤

先用纯物质定性,确定在该条件下氧气的保留时间,再用外标法定量,算出该条件下O₂的校正因子。在工作站上,工作方式选校准,定量方式选外标,采样方式选色谱,最小面积设100。然后进样,当色谱出峰完毕后,按下通道中止键,工作站会自动计算出样品中O₂的校正因子,然后文件存盘。再把工作方式改为分析,此时即可进行样品分析。当色谱峰出峰完毕后,按下通道中止键,工作站就会自动计算,给出分析结果报告,见表1。

表1 分析结果报告

物质名称	保留时间 (min)	窗宽 (s)	积分面积 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)	校正因子	含量 (%)
O ₂	1.13	0.06	171 747	0.000 207 6	21.6

2 结果与讨论

2.1 定量方法的选择

因样气中除了氧、氮外,还有二氧化碳和其它一些烃类组份,所以采用外标法定量。

2.2 精确度实验

对同一气体进行6次分析。结果见表2。

表2 精确度实验

	1	2	3	4	5	6	平均	标准偏差
O ₂ (%)	30.2	30.4	30.1	30.5	30.2	30.3	30.3	0.148

由表2可见,本方法重现性好,精确度较高,符合分析要求。

2.3 分析时间的比较

采用奥氏仪分析一个样品(室内取样),取样、置换、分析至少需要5 min,而采用色谱法只需1.5 min,取样、置换、记录分析数据都不需要占用额外时间,都在色谱的自动分析过程中进行,节省了分析时间。

2.4 在日常维护方面的比较

经典的分析方法需频繁地更换溶液,试漏,配制吸收液等,而色谱法则半个月换一次净化管,两个月换一次氮气钢瓶即可。

2.5 分析时注意事项

本方法采用六通阀进样,重现性好。如果采用柱头进样,注射针筒取样后应封口,否则空气会影响分析结果。

由于分子筛很容易吸收水分,使其失去活性,因此载气必须经过净化管干燥,净化后使用。

3 结 语

从以上的实验结果可以看出,该方法具有简便、精确度高、节省分析时间、便于日常维护等优点,比较适合中间控制分析。

收稿日期:2003年12月9日

作者:黑化集团有限公司工程师(黑龙江 富拉尔基 邮政编码:161041 电话:0452-8928146)

