

如何判断色谱分析数据的准确性

闫海平

(山西兰花煤化工有限责任公司)

摘要:本文对气相色谱在化工行业的应用进行了具体的阐述,讲述了如何根据仪器的运行状态和色谱图来判断分析数据的可靠性,对色谱在使用过程中可能出现的故障及对引发故障的原因进行了分析,用具体事例讲述了色谱定量分析原理。

关键词: 色谱; 准确性; 分析

气相色谱分析法在我国石油化工有限公司发展过程中发挥了重要作用,在石油、有机化工、高分子化工生产的中间控制分析中,气相色谱已取代了化学分析法,成为保证生产正常进行的不可缺少的分析方法。气相色谱法的特点是选择性高、分离效果高、灵敏度高、分析速度快。

我厂有气相色谱仪6台,分别用于分析二氧化碳原料气组分、合成气组分、净化气组分、精制气组分、净化系统中的总硫分析。在合成净化工段分析中起着重要作用。如何判断仪器运行是否正常稳定、分析数据是否准确是保证分析数据的关键。下面就从几个方面谈一下如何判断数据是否准确:

1 仪器运行是否正常

从电脑打开仪器的操作系统,选择你使用的仪器,从谱图或仪器显示屏检测器信号输出值观察基线是否稳定,从谱图观察选择合适的横坐标和纵坐标(横坐标最小时间间隔0.5分钟,纵坐标电压最小间隔10 μ V)观察基线是否为一水平直线;从仪器输出信号观察数值变化不超过1,说明仪器稳定。如果基线不稳可能是载气压力有变或载气纯度达不到、仪器气路漏气或仪器电器件故障所致。最常见的是载气压力小于0.2Mpa、仪器气路漏气或堵塞、气体纯度不够等造成,这时候更换载气、检查气路、使用瓶装高纯气仪器就可以正常运行。

2 学会辨认色谱峰

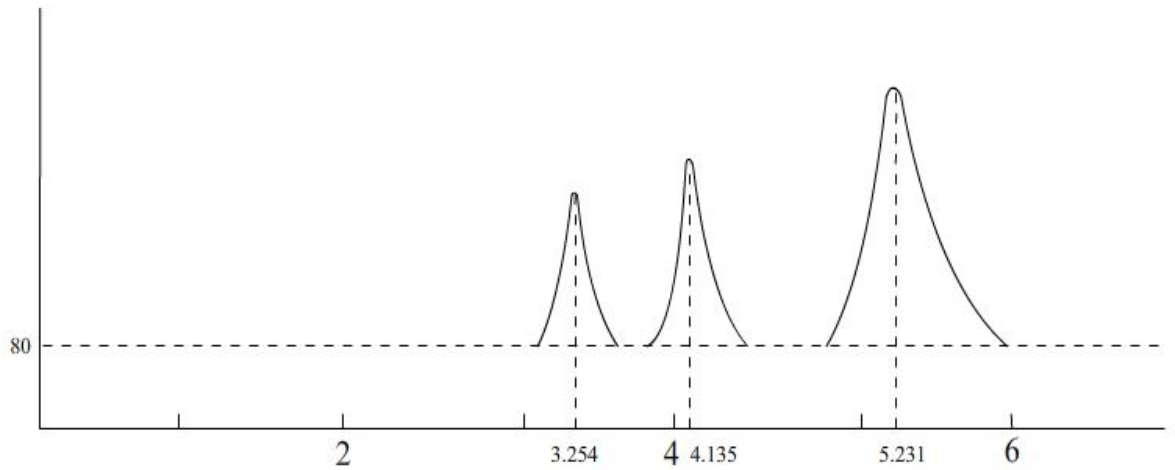
气相色谱仪主要由载气系统、进样系统、色谱柱、检测系统、温度控制系统和数据处理系统组成,其分离主要靠色谱柱来完成。气相色谱分析法依据色谱图的出峰时间来定性分析,峰高或峰面积来定量分析即含量与峰面积成正比。所以说色谱分析首先要学会辨认峰图。净化气、合成气、原料气色谱三台仪器色谱柱都是由两根毛细管柱串联而成的,第一根柱子固定相为ProPak用来分离CO₂,第二根柱子固定相为5A分子筛主要用来分析永久性H₂、O₂、N₂、CO、CH₄等,三台仪器的出峰顺序均为CO₂→H₂→Ar(O₂)→N₂→CH₄→CO,如果样气中某组分与载气相同或样气中不含某种成分不出峰,其它成分出峰时间不变。样气的出峰时间和标准气对照确定样气组分,与标准气峰面积或峰高比较计算样气中各组分的含量。色谱柱在使用一段时间以后,出峰时间会发生变化即柱子的分离效果越来越差,出峰时间会提前,但顺序不变,所以说要记住出峰顺序不要死记出峰时间,这就是为什么仪器使用一段时间以后要重新标定(排除仪器不稳定因素)。只有认清是哪个组分的峰才可以判断是样气中不含某种组峰还是出峰时间变化造成仪器不出分析数据。

3 如何根据峰图计算样品含量

定量不同仪器的操作软件都不尽相同，但计算原理完全一致，可以根据谱图与标准对照计算各组分的含量。以合成气色谱为例（载气为氢气）：

标准气组分为 Ar: 1.5% N₂:23.3% CH₄:12.5%

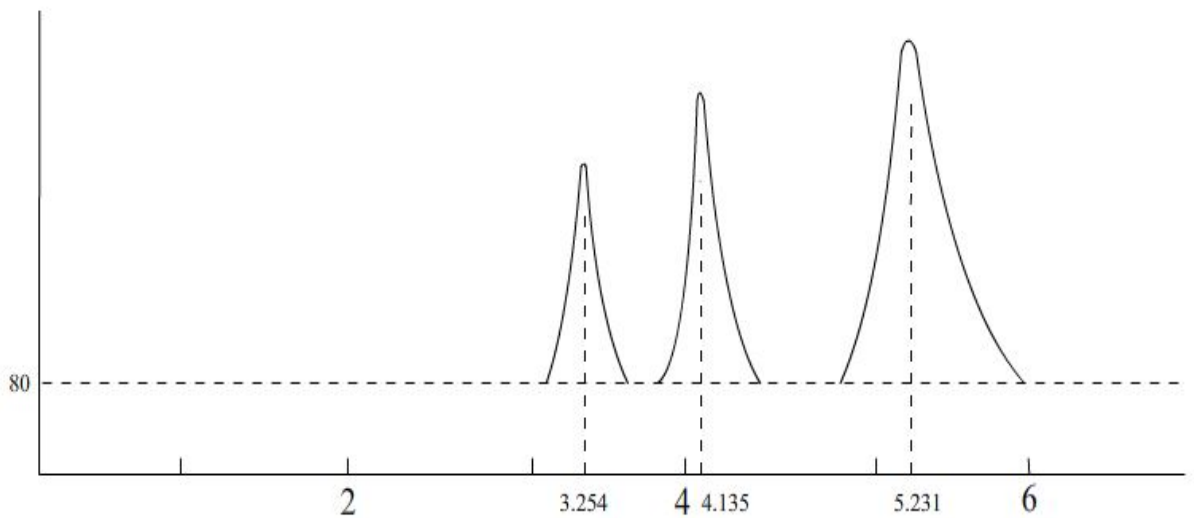
谱图为



从谱图中可以得到以下信息：

Ar 标气: 出峰时间 3.254 峰面积:207.0082
N₂:标气 出峰时间 4.135 峰面积:2994.11421
CH₄ 标气: 出峰时间 5.231 峰面积:202.91060

下面是样气即合成气入口的谱图



从色谱峰图可以获得样气的信息如下：

Ar 样气: 出峰时间 3.254 峰面积:339.44892

N₂:样气 出峰时间 4.135 峰面积:3103.90459

CH₄ 样气: 出峰时间 5.231 峰面积:1378.41528

从出峰时间已定性样气组分,根据峰面积计算样气中各组分的含量:

$1.5/207.0082 = \text{Ar 样\%}/339.44892$

$\text{Ar 样\%} = 1.5/207.0082 * 339.44892 = 2.46$

其他组分计算相同。现在我们单位使用的是安捷伦 6820 气相色谱仪,从数据工作站处理可以直接得到分析数据。但如果仪器不稳定或出峰时间变化时可以通过和标气比对计算分析数据和判断分析数据的准确性。

4 色谱柱的更换

色谱峰出现重叠不能完全分离时,说明色谱柱应该更换,色谱柱老化以后可以重复使用。老化的目的除去残余溶剂和挥发性杂质,老化时柱温应略高于操作使用的柱温,让载气冲洗色谱柱,老化时色谱柱连接检测器的一端可断开,以防止检测器被污染。样气中如果含有水、硫和氨等物质也会污染检测器。

气相色谱和传统的奥氏气体仪相比分析速度快、灵敏度高,特别适合于微量组分的分析,是现代化工企业必备的分析设备,只有掌握了仪器的各种性能,才能保证分析数据的准确性。