

气相色谱法在煤化工分析中的应用研究

刘 杰 (内蒙古中煤蒙大新能源化工有限公司, 内蒙古 鄂尔多斯 017320)

摘 要: 近几年来, 随着我国科学研究不断深入, 科学技术水平的不断提高, 推动了我国煤化工行业的快速发展, 气相色谱法在煤化工分析中也广泛应用起来。文章首先分析了气相色谱法在煤化工分析中的具体应用, 其次对气相色谱法在煤化工分析中的发展趋势进行了探索, 希望可以全面提升气相色谱法的实际应用水平, 充分确保煤化工分析技术在准确度方面可以有一个全面提升。

关键词: 气相色谱法; 煤化工分析; 应用研究

1 引言

在经济高速发展的时代背景下, 为科学技术的发展提供了诸多有利的条件, 科研人员提出了许多先进的理论和技术, 并被广泛应用于各个领域, 极大地提升了各个行业的经济发展水平。比如气相色谱法, 就是一种新型技术, 能够对样品进行准确的分离、分析, 在医疗事业, 环保事业等多个领域都得到了广泛的运用。鉴于此, 本文通过对相关文献研究以及结合科研人员多年的工作经验, 提出了一定的参考意见, 希望能给相关技术人员提供一定的参考。

2 气相色谱法在煤化工分析中的具体应用

2.1 色谱柱的正确选择

众所周知, 煤化工生产过程中, 最为主要的产物就是煤气, 而煤气中富含大量成分, 如氢气、氧气、氮气、一氧化碳、二氧化碳、甲烷等, 如果对这些气体的成分展开分析应该选用填充柱为 13X 或是 5A 的色谱柱, 这两种色谱柱的区别之处在于分析时间长短有所不同, 最终的分析效果也会存在较大差异, 但是二种色谱柱的市场价格是相同的。如果选用 13X 的填充柱, 采样分析的时间较短, 最终导致其每个峰之间距离较近, 特别容易造成峰连接的后果, 再加上一氧化碳的峰移动速度较快, 分析过程持续时间较短, 这非常不利于检测结果, 会使检测结果存在较大差异。若选用 5A 色谱柱, 进样分析时间又比较长, 各个峰之间的距离也相对较远, 而且一氧化碳峰和甲烷峰两个峰距离较远, 这样便于展开更为精确的检测分析。

2.2 5A、13X 色谱柱的成分选择

5A、13X 色谱柱中最主要的成为是分子筛, 分子筛是目前被广泛应用于气固色谱分析中的一种新型吸附剂, 分子筛又被称为泡沸石或者是沸石, 是硅酸盐或铝酸盐的结晶状态, 主要是由硅氧四面体或铝氧四面体通过氧桥键连接而成的。媒体成分检测过程中气固色谱普遍选择采用方钠型的 4A、5A 以及八面型的 13X 三种分子筛。方钠型的 4A 和 5A 是通过采用前缀数码对晶体结构进行分类, 4A 型就表示中 A 是指类别, 4 表示具体的孔径, 而如果将 4A 分子筛中大概四分之一至四分之三范围内的钠离子替换成钙离子, 就变成了 5A 型的分

子筛。其实 X 类型的分子筛和 A 类型分子筛的区别并不是很大, 区别只是在于 X 型的分子筛中含有较高含量的硅铝。分子筛主要的针对对象是永久性气体, 诸如氧气、氮气、一氧化碳、甲烷、氢气等, 分子筛具有较强的吸收性, 当分子筛吸入大量的水分后, 水分就会占用分子筛的位置, 从而导致分子筛失去活性, 分子筛失去活性后就必须将其重新活化, 由此可见在采用分子筛进行色谱分析的整个过程中时, 必须保持载气的干燥。

2.3 影响色谱柱效果的主要因素

一般在选择了气相色谱柱后, 需要对气相色谱柱中的载气进行仔细的检验。这是因为气相色谱柱一般主要选用的载气为氮气或氢气, 一旦气相色谱柱中主要的载气为氢气的话, 氢气浓度在达到 99.9% 的时, 会发生化学反应从而产生水分, 而水分是最为影响气相色谱柱检测效果的杂质, 因此相关人员需要在气相色谱柱中氢气浓度达 99.9% 时使用净化装置来除去载气中的氧和水。如果相关人员不对其进行清除的话, 在经过高温环节之后, 就会出现水分凝结成为水珠从而影响到色谱柱, 会让色谱柱加速老化, 使用寿命大大缩减。气相色谱柱在煤化工中应用主要就是为了能够高效率的去检测煤气中的气体纯度并对煤气中的气体杂质进行分辨, 因此影响气相色谱柱的另一主要因素就是所检验样品气体中所含有的杂质。

煤气的组成成分有很多, 所含有的气体杂质也很多, 但主要的气体杂质是硫化氢气体。相关人员需要在用气相色谱柱检测煤气气体时提前对煤气气体中的杂质进行清除, 样品气体中含有硫化氢杂质可以在进入气相色谱仪之前使用硫酸铜溶液使其发生化学反应对其进行过滤, 然后在通过使用硅胶进行干燥处理, 以此来防止硫化氢气体对气相色谱柱子进行污染。如果煤化工企业想要在使用气相色谱仪时减少杂质的干扰, 想要将气体杂质完全去除掉, 煤化工企业可以选择使用相关设备和装置对样品气体进行吸附和过滤, 以此来确保样品气体中的气体杂质最终能够完全去除掉, 在最大程度上尽量的去降低杂质气体对气相色谱仪设备与检测结果的影响, 确保检测效果的作用能够体现出来, 从而保证煤化工领域安全而高效的生产作业。

2.4 对色谱条件的设置

煤化工企业在完成生产工作后,在煤化工气体分离和检测中选择应用气相色谱法,需要提前规划和设置相关的色谱条件,这样不仅能够提高气相色谱仪对煤气气体的检测效率,还能够让检测结果的准确性、科学性等有所保障。

目前,我国所生产的气相色谱柱能够承受的最高使用温度为 200℃。因此煤化工企业要想最大程度上去提高气相色谱仪的工作效率,可以采取以下措施,将柱箱温度时刻保持在 50℃左右,柱箱的温度应当与柱样器温度的设定保持一致,对于检测器的温度应当设置在 100℃左右,这些温度都是从气相色谱仪实际应用过程中得到的最适温度,能够最大程度上在缩减气相色谱仪的工作时间的同时确保检测结果的准确性和科学性。煤化工企业在使用气相色谱仪时,还需要结合检测样本气体的实际情况对载气流动速度进行适当的调整,时刻注意调整参数确保两路载气流动速度相互平衡,并且要以 30mL/min 的速度开始进样,以此来确保基线的稳定。煤化工企业还需要注意开始进样时,气相色谱仪要选择采用直接进样的方式,还要对气相色谱柱前的压力进行调整,确保柱前压力在 0.1MPa 左右。

在这些色谱条件都设置到最适宜的情况下,煤化工企业便可以开始进行气体样品的检测。然后煤化工企业根据最终得到的样品图谱对比标准图谱,便可以得到样品气体中的各种气体的纯度以及杂质成分和相关含量。煤化工企业就可以根据得到的结果来对生产出的煤气气体进行处理。在气相色谱仪实际应用的过程中,还需要完成气相色谱柱的配置,目前我国煤化工企业在配置气相色谱柱时,一般都采用不锈钢柱管进行配置,选择的不锈钢柱管内径为 3mm 左右,不锈钢柱管长为 3m,并且根据气体分离要求的长度和内径完成固定相比例的设计。

我国煤化工企业在填充气相色谱柱时,需要提前将气相色谱柱的检测器与出口端进行连接,然后在用纱布对其进行阻塞密封,并且对其进行抽取直至达到真空状态。相关人员用手掌或者吸耳球头部,在对气相色谱柱的柱身进行拍打,对气相色谱柱的填充物进行压实,然后使填充物进入气相色谱柱的固定相,重复这几个步骤直至填充完成。

在相关人员在气相色谱柱填充完毕后,拆除色谱柱的时候,需要用玻璃棉将色谱柱的一端进行堵塞,防止出现填充物泄露的情况,然后对色谱柱固定相填充量进行固定,不同内径的填充柱需要的填充量不同,相关人员需要结合填充柱实际内径大小对填充量进行相应的调整。在完成气相色谱柱的制备之后,需要将其放在 100℃的环境下进行 8h 的载气老化。如毛细管色谱柱内径比较小,一般在 1mm 之内,颗粒间隙会变得更小,需要更少的固定液,填充高度一般为 0.3mm。

3 气相色谱法在煤化工分析中的发展趋势

现如今,随着煤化工行业的不断深入发展,废水中所含有机物的种类也明显增加,进而导致水质越来越趋向于复杂化,因此对于样品前处理技术的要求也越来越高。传统的前处理技术流程极其负责,操作较为繁琐,早已无法不能满足快速高效的煤化工分析要求。随着当前气相色谱检测技术的发展与应用,正在逐渐向样品微量、无溶剂化的绿色化学方向过渡,采用自动化的前处理设备应用,可以最大程度地降低操作成本、减小操作误差,有利于实现气相色谱的自动化和快捷化。除此之外,由于气相色谱法不能对未知物展开定性检测,所以在分析煤化工废水中存在的一些未知有机污染物过程中,还需要联合使用其他设备。质谱、光谱、核磁是准确鉴定未知物结构的有效工具,但要求需要分析的样品结构尽可能简单,而不是结构复杂的混合物。当联用气相色谱与质谱时,混合物在经过气相分离之后会以单一物质的形式进入质谱仪内部的离子源,随后再使用质量分析器对未知样品展开定性分析。这个分析过程既发挥了气相色谱法的高分离能力,同时又发挥了质谱法的高鉴别能力。因此气相色谱法和多种技术的联用是准确分析复杂混合物中未知物结构的高效手段。由此可见,在煤化工废水分析中应用气相色谱法,同时联用先进的前处理设备、质谱、核磁等将是一个未来必然的发展方向。

4 结语

鉴于煤化工分析具有的工作特征,将气相色谱法应用于检测废水中残余有机物,可以从检测结果中清晰明了地看到水处理工艺的处理效果,根据检测到的有机物种类及含量就可以实际采取处理措施和展开工艺流程,在很大程度上实现了对水处理工艺优化。当然,气相色谱法在煤化工行业中的应用也会随着煤化工行业的快速发展和煤化工废水水质变化而变得更加复杂化,面对不断出现的新难题,相关人员应当致力于提升气相色谱法的应用空间,将其与先进的处理设备以及质谱、核磁等进行结合使用。与此同时,社会与科学技术的不断变更,社会大众对气相色谱也提出了更高的技术要求,应该更加深入的展开研究,让气相色谱法灵敏度更高、选择性更强、使用更加便捷成为未来研究的方向,向着超微量化的绿色化分析的研究方向发展。

参考文献:

- [1] 赵亚楠,王伏,王微,张荣冬,刘晓夏.探讨气相色谱法及其煤化工分析的应用[J].炭素,2019(04):31-34.
- [2] 阮玉凤.试析气相色谱法在煤化工分析中的应用思考[J].化工管理,2019(32):184-185.
- [3] 吴健.探讨气相色谱法在煤化工分析中的应用[J].当代化工研究,2019(08):98-99.
- [4] 王小妮,许云峰.气相色谱法在煤化工分析中的应用思考[J].化工管理,2018(18):209-210.