

一种提高气相色谱仪柱效的方法

黄菊君 翁维正 万惠霖

(厦门大学化学系 固体表面物理化学国家重点实验室, 厦门 361005)

国产气相色谱仪气体定体积进样装置一般选择旋转式六通阀, 进样口按常规的联接方式, 由于死体积较大, 使色谱峰产生扩展, 影响色谱柱的柱效及混合试样的分离度。Nogare 等^[1]认为, 把色谱柱外的死体积降低到最小值是获得理论柱效的一种重要的因素。所以, 我们对进样口联接方式作了改进, 以减小死体积。对氮气、氧气、甲烷、丙烯和丙烷等混合气体的分离测试表明, 改制后的色谱仪其柱效和分离度均获得比较大的提高。

1 实验部分

1.1 仪器 上分 103 气相色谱仪, CDMC-2A 色谱数据处理机, 六通阀定体积进样装置。

1.2 样品 氮气(上海吴淞化工厂, 99.998%)、氧气(厦门制氧厂, 纯度>99.5%)、甲烷、丙烯、丙烷等气体均为西南化工研究院生产, 纯度>99.99%。

1.3 色谱条件 检测器: 热导检测器; 固定相: 有机担体 401; 色谱柱长: 6 米; 载气: 氢气; 柱温: 55℃、66℃; 汽化温度: 150℃; 桥流: 150mA; 对甲烷和丙烯处理机纸速分别为 15 和 6mm/min。

1.4 进样口改制 六通阀定体积进样的常规联接方法如图 1。进样时, 载气沿 a-b-c-d 途径将定量管(bc)中的混合气带出, 必须经过一段连接管才进入汽化室, 然后进入色谱柱。我们取一支长 10cm 的 7 号注射针头, 依下法处理: 如图 2 (1) 先在针头斜面交界处(如虚线所示)用锯片锯断; 取衬有硅橡胶垫片的 M8 螺帽, 将锯下的针头如图 2 (2) 穿过硅橡胶垫片, 再将螺帽与六通阀 d 处出口联接, 针尖直接从进样口插入汽化室。改制后进样口的联接方式如图 3 所示。

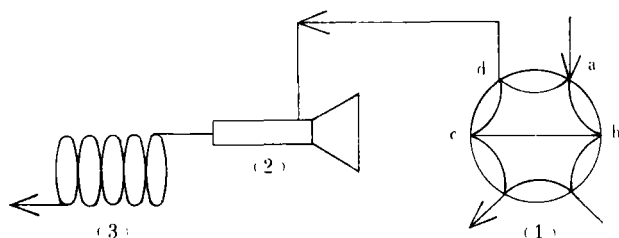


图 1 六通阀常规连接方法

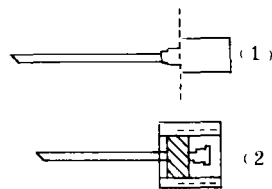


图 2 注射针头改制

2 结论

对气相色谱仪气体定体积进样的旋转式六通阀与进样口的联接方式进行改制。采用常规六通阀连接方式以及改制的连接方式, 分别在 55℃、66℃测试了氮气、氧气、甲烷、丙烯、丙烷混合试样。在最佳线速下, 66℃时改制前后的甲烷理论塔板数分别为 785 片和 2664

片, 最小板高从 7.64 降至 2.25, 柱效提高为原来的 3.4 倍, 分离度从 1.51 提高到 3.10, 为原来的 2.1 倍。丙烯的柱效和分离度也有所提高。由于板高还受到进样量、柱温等因素的影响, 我们又考察了柱温为 55℃ 时的情况。55℃ 时改制前后的甲烷理论塔板数分别为 1032 片和 2961 片, 最小板高从 5.82 降至 2.06, 柱效提高为

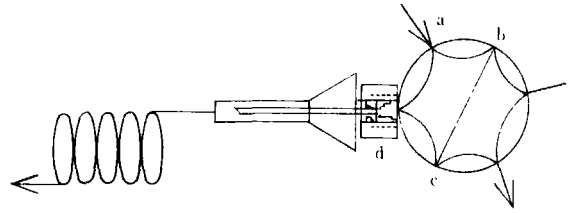


图 3 改制后的六通阀连接方式

原来的 2.9 倍, 分离度从 1.97 提高到 3.63, 为原来的 1.8 倍。丙烯的柱效和分离度也有所提高。结果表明, 改制后的联接方式在尽可能范围内减少了因死体积所造成的纵向扩散, 克服了柱内不同流动途径的不同流动速度所引起的气相传质阻力的影响, 为提高气相色谱仪的柱效提供了一种简便可行的方法。

参 考 文 献

- [1] Nogare S D et al. A study of the performance of packed gas chromatography columns. Anal. Chem., 1962; 34 (8): 890~896

直接采样—气相色谱法测定“三苯” 废气净化治理效率

赵 扬

(福建省环境监测中心站, 福州市华林路 350003)

摘 要: 本文从采样控制、样品测定和结果评定三个关键环节入手, 提出了一种直接采样——气相色谱法测定“三苯”废气净化治理效率的简便、易行又较为可靠的方法。

关键词: “三苯”废气, 净化效率, 直接采样—GC (FID) 法

1. 前 言

所谓“三苯”, 即指苯、甲苯和二甲苯, 人体过量接触将引起损害中枢神经系统和造血系统为主的疾病。福建省制鞋业“三苯”污染问题严重, 目前全省制鞋业“三苯”废气治理已列入全省“九五”重点污染治理“四大工程”之一, 包括鞋用胶水溶剂和“三苯”废气净化治理装置在内的各项技术攻关正在进行, 已投入运行的“三苯”废气净化治理装置中被认为技术基本成熟的一般有三种类型。本文就是通过对其中“活性炭吸附——催化燃烧法有机废气净化装置”的净化治理的效果的测定过程, 在采样设计, 分析方法及测定结果评定等方面进行了探讨, 提出了一个简便、快速、可行又较为准确的“三苯”废气净化治理效率的测定方法, 所取得的数据完全能够满足目前所普遍采用的类似“三苯”废气净化装置主要技术参数评定的要求。