

气相色谱法在煤化工分析中的应用探讨

李玉杰 (山西天脊潞安化工有限公司, 山西 潞城 047500)

摘要: 本文简略阐述了气相色谱法的定义特点以及其应用优势, 并从应用原理、色谱柱的选择、选配色谱柱填料、柱效的影响因素以及色谱条件的合理设置几方面内容着手, 对气相色谱法在煤化工分析中的实际应用进行了详细分析, 旨在为相关人员提供参考。

关键词: 气相色谱法; 煤化工分析; 色谱柱

0 引言

在现如今所进行的煤化工分析工作中, 气相色谱法有着长远的应用趋势, 但从目前来看, 其在实际应用的过程中仍存在一定的不利因素, 对于其应用效率的提升有着一定的阻碍作用, 基于此有必要对其展开深入探索。

1 气相色谱法的应用概述

1.1 定义

在煤化工分析领域, 气相色谱法是较为常见的一种仪器分析手段, 其凭借着灵敏性强、分析速度快以及效能高等特点至今已经在我国的化工生产以及科学研究等多个领域中实现了广泛应用。气象色谱分析法在实际应用的过程中有着较为广泛的应用, 能够实现对于各类气体、液体以及固体的精确分析, 从目前来看, 气相色谱法仍在不断实践应用的过程中进行优化改善, 无论是在分析速度方面还是在应用范围方面都体现出了明显的进步, 甚至还在此基础上研发出了更加具有灵敏度和选择性的检测器, 在极大程度上提升了气相色谱法应用的实效性。

1.2 特点

气象色谱分析法本身在实际应用的过程中有着极大的特殊性, 应用该方法主要是对气体固态以及气体液态展开更加科学的分析工作, 与此同时在气体自身流动性的基础上, 通过加快分析速度实现分析有效性的提高。在应用气象色谱分析法的时候能够对多样化的固定相物质进行选择, 这种分析方式有着速度快以及分析效率高的特点, 再加上近些年来我国科技水平迅速提升, 各种类型的检测仪器层出不穷, 切实扩展了气相色谱分析法原本的应用范围。

2 气相色谱法的应用优势

2.1 分析特异性强

气相色谱法在煤化工分析中的应用能够充分展现出其较强的分析特异性, 这种特点对于不同物质的分析有着重要作用, 良好的分析特异性能够帮助相关工作人员针对不同类型物质以及物质具体所占比例展开更加精确的分析^[1]。在气相色谱法之前, 以往所使用的分析方法在特异性方面存在严重欠缺, 所以其在应用的过程中常常难以完整地将物质的具体情况展现出来, 对于后续所进行的分析和判断有着严重的负面影响, 但气相色谱法在煤化工分析中的应用则有效弥补了这一局限性。

2.2 精准度高

除了分析特异性以外, 气相色谱法在煤化工分析中还有着精准度高的优势, 传统的化学分析方法在精度方面极度欠缺甚至不如色谱法的千分之一。与此同时, 在对传统化学检测方法进行应用的时候往往面临着极其繁琐和复

杂的步骤, 不仅要消耗大量不必要的时间和成本, 还难以从根本上保障其精确度, 但气相色谱法则可以在缩短时间的同时提升结果的精确度。

2.3 独立性与重复性强

对于物质所进行的分析检验工作来说, 能够实现对于物质的独立检验是较为重要的基础内容, 可以最大限度减少物质之间产生反应的可能性, 但是传统的化学分析方法难以落实这一要求, 但气相色谱法的应用则能够通过对于相关仪器的应用, 自动化地完成对于物质的检测以及分析工作, 并保障各个不同物质之间不会受到的影响, 对于组分分析准确度的提升有着重要作用。

3 气相色谱法在煤化工分析中的实际应用

3.1 应用原理

气相色谱法作为一种色层分离分析方法, 主要是利用气体作为流动相, 流动相将会把气化的试样带入到色谱柱当中, 而试样中做具有的各组分分子作用力同固定相存在一定的差异性, 进而导致色谱柱中各组分所流出的时间各不相同, 使得组分相互分离。工作人员可以在相应的鉴别以及记录系统的基础上, 对色谱图进行制作, 并在其中明确标注出各组分流出色谱柱的浓度以及时间, 接下来便可以结合所显示的出峰时间以及顺序, 开展对于化合物的定性分析工作, 并结合峰的面积大小以及高低进行定量分析^[2]。

3.2 色谱柱的选择

对色谱柱展开更加科学合理的选择能够在原有的基础上实现分析准确性的提升, 以往大多会采用开管毛细管柱以及填充柱, 但当前则主要会使用毛细管柱, 运用气相色谱法对合成气组分进行分析的时候, 通常情况下在预分离柱方面会选用 PorapakQ 或 PorapakN 填充柱。分子筛能够对一氧化碳、甲烷、氮以及氧等组分进行分离, 镀镍填充柱可以实现对于含硫化氢等腐蚀性组分气体的分离。针对低含量组分气体可以采用 UltiMetal 填充柱达到分离效果, 但由于其在成本上相对较高, 所以应用范围有限。

3.3 选配色谱柱填料

除了要合理进行色谱柱的选择工作以外, 工作人员还应当加强对于选配色谱柱填料的重视, 填料成分的不同将会对其最终所产生的分离效果产生影响, 分子筛填充柱是气相色谱分析中较常见的工具之一, 由于分子筛粒径的大小存在差异, 所以一氧化碳、甲烷、氮和氧等组分的分离度以及出峰时间也会存在不同。一般来说分子筛会应用 5A 和 13X 几种类型, 其中 5A 分子筛在氮和氧的应用上有着较好的分离效果, 但存在着峰高较低的问题, 而 13X 金

对于氮、氧有着较差的分离效果,但其峰形相对较好,而且出峰的速度很快。分子筛在应用于水、二氧化碳、硫化氢、碳二以上烃类的分离工作时常面临着较大的损伤,所以在应用的过程中务必要妥善采取相应的防护措施,与此同时,相关工作人员还应当注重对于色谱柱尺寸的优化选择,比如在对氧气和氮气进行分离的时候相对于6英尺的柱子来说,8英尺的分子筛有着较大的优势。基于此,工作人员在正式展开工作的时候,务必要将样品的经济效益以及各方面实际情况结合起来,对色谱柱进行选择性的配置,进而实现分析检测结果准确性的提升。

3.4 柱效的影响因素

笔者将会从以下两方面内容着手对柱效的影响因素进行分析。

一方面,载气的纯度将会对色谱柱的柱效造成影响,所以一般来说会将纯度高达99.999%的氢气作为载气。工作人员应当认识到,分子筛本身在吸水能力方面相对较强,在吸水之后能够将空穴填满,进而在一定程度上降低分子筛的活性,所以在进行色谱分析的过程中,务必要保障好载气的干燥性。对于二氧化碳以及氧气等物质来说,分子筛会产生不可逆的吸附作用,所以应当充分考虑氮、氧的比例,进而对色谱柱是否失效进行判断,基于此,在运用氢气作为载气之前,应当事先采用净化装置采取取水脱氧措施,最大限度减少柱效所受到的负面影响,进而实现煤气纯度检测精确性的提升。另一方面,样本气体中的杂质将会影响柱效,所以相关技术人员可以适当使用过滤

的方式去除其中的杂质,尽可能避免由于色谱柱被污染而影响煤气纯度的问题。

3.5 色谱条件的合理设置

本文主要从以下几方面内容着手,对色谱条件的合理设置进行分析。在温度条件色谱柱的最高使用温度可以达到200℃,应当将柱箱控制在50℃左右,与此同时还要将氧气的温度设定成一样的数值。汽化室的温度应当为250℃,检测器的温度也需要保持为100℃。而对于载气流速来说,需要保障两路流速的平衡性,使用30mL/min的速度进样,以保障基线的稳定性。通过对于直接进样方法的应用,保障柱前压为0.1MPa。在设置好色谱柱的各项条件之后,便能够正式开展对于样品的检测分析工作,充分同样品图谱相结合,便能够明确样品所具有的实际纯度,并对其中杂质的含量进一步明确。

4 结语

综上所述,优化采用气相色谱法,能够有效提升煤化工分析的有效性,对于煤化工领域的持续平稳发展有着积极的促进作用。因此应当加强对于该技术的重视,并在实践过程中不断优化升级,以有效达到提高气相色谱法应用水平的目标。

参考文献:

- [1] 李彬. 试析气相色谱法在煤化工分析中的应用思考[J]. 中国化工贸易, 2019, 11(35): 138.
- [2] 米泽华. 试论煤化工废水分析中气相色谱法的有效利用[J]. 数字化用户, 2019(37): 181.

(上接第115页)考虑到整体的流动相中,甲醇的含量不能太高也不能低,采用5%甲醇、25%水、70%理流参与到整体的产品分析最有效。

2.4 纯度检测

通过实验可以得到高浓度产品,通过计算其中tmac和醚化剂的相对质量含量,进行纯度的检测,其相关公式为: $m_2/m_1=fA_2/A_1$ 。提纯后的产品中,其中醚化剂和tmac的质量比是8.4289其中tmac的含量是7.71%。

使用上述实验的阳离子醚化剂制备两组阳离子淀粉,并制备质量含量为0.5%的阳离子淀粉溶液用于糊化。两次糊化的结果如下:浆液高度分别为84cm和86cm。阳离子淀粉的制备工艺为:配制30-35%的淀粉溶液,加入3%的氢氧化钠,溶液的酸碱度为11.0-11.3左右,加入6%阳离子醚化剂,在47-49℃反应12h。反应后,产物洗涤两次并干燥,得到阳离子淀粉。

2.5 实验要求

产品分析的方法较多,其中采用高效液相色谱法检测较为简单,因为高效液相色谱法灵敏程度高,分析结果较为可靠,因此也适合在实际的产品纯度检测中应用。流动相比较容易配置且不易造成一起的损坏,因此采用HPLC法的产品检测较为有效。

连续汽化能最大程度上去除其中的杂质,但是需要足够长的时间,一般要维持在10h之上才能达到良好的效果,因为产品中有残存的三甲胺盐酸盐,应当尽可能提升反应

的程度,才能避免在产品中残余三甲胺。通过建立联合分析的办法进行产品的HPLC分析,确定其中的质量校正因子,需要注意的是,因为植被的产品中,有机杂质的含量低、三甲胺含量较高,而通过糊化反应检查产品的质量,会发现自制的产品糊化效果较差,因此需要在提纯方法上进行深入的研究。

3 结语

当阳离子季铵盐在浓度和杂质残留上达到一定范围的时候,所产生的醚化剂就是高纯度醚化剂,在工业领域高纯度醚化剂的应用范围非常广泛。在生产、合成高纯度醚化剂的过程中,可以运用一步法和两步法的手段,这两种方法是一个串联的反应过程,但是由于其整体的反应线路不同,其最终反应质量有较明显的差别。在造纸领域,高纯度醚化剂是一种非常实用的补强剂,能够极大提高造纸效率;在制造耐火材料的过程中,高纯度醚化剂可以代替羧甲基纤维素;而在纺织领域,高纯度醚化剂可以代替杀菌剂以及抗静电剂,整体缩减生产成本。

参考文献:

- [1] 李海花,高玉华,张利辉,李娜,刘振法.高取代度醚化淀粉的湿法制备及其絮凝性能研究[J].现代化工,2020,40(04):110-114+118.
- [2] 熊俊杰,赵战江,安琦,王世彬.高温海水基压裂液稠化剂两性离子瓜胶合成及性能评价[J].油田化学,2018,35(03):401-405+410.