

# 如何去除空气中氧气分析微量二氧化碳

魏金刚<sup>1</sup> 刘昌盛<sup>1</sup> 王丹慧<sup>2</sup> 苗凤媛<sup>1</sup> 赵艳慧<sup>1</sup>

1. 中海石油华鹤煤化有限公司 黑龙江 鹤岗 154100

2. 黑龙江省鹤岗生态环境监测中心 黑龙江 鹤岗 154100

**摘要:** 空气中氧气和二氧化碳是一种很常见的气体组成。在某些情况下,需要对空气中的氧气和微量二氧化碳进行分析,比如在实验室中进行气体检测、环境监测或者工业生产过程中的控制。利用双阀控制气体进样量,利用一段5m长1/8in铜管进行气体平衡及放空组件,通过六通阀切换,载气氮气做为尾吹气,从而使得空气中二氧化碳气体进入镍转化炉,空气中的其他组份进入铜管后放空,进而排除氧气,避免氧气造成催化剂中毒失活,实现脱氧的目的。

**关键词:** 气相色谱;载气;阀图;阀切换

## 1 背景

中海石油华鹤煤化有限公司坐落于黑龙江省鹤岗市,于2015年4月投产,装置设计年产30万吨合成氨、52万吨大颗粒尿素。分析化验部是华鹤公司的分析实验室,实验室分析手段主要以仪器分析为主,分析化验部一共有8台气相色谱。其中有2台分析微量二氧化碳和一氧化碳的安捷伦气相色谱分析仪,随着气相色谱不断使用色谱性能降低,主要是空分分子筛入口和出口气体成分分析时,里面含有氧气,由于样品气中存在氧含量时会对气相色谱的镍转化炉中催化剂造成影响,样品中氧气会对镍触媒造成伤害,使镍触媒中毒,失去活性。

因分子筛入口和出口气体组分的分析,是分子筛在用、再生及开车时分析的重要依据。但以现在手段分析空分分子筛入口和出口气体成分及含量,就会造成仪器性能下降,甚至时间长了镍转化炉中催化剂将会失活,无法分析。现有分析条件不能满足工艺分析需求,需要研制一种脱氧装置,排除空气中氧气,避免氧气造成催化剂中毒失活。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器

化验室所使用的的气相色谱仪是Agilent 7820B GC,该仪器包含前后2个FID检测器,Agilent 7890B GC色谱工作站,2个六通阀,1根PQ柱,1根MolSieve 5A,色谱整体构造全面,适用现在气体组分含量分析要求<sup>[1]</sup>。

### 2.2 分析原理

混合物经过汽化后,由气体(载气)带入分离色谱柱,混合组分在载气和色谱柱固定相中发生反复多次的吸附(或溶解)、解吸(或挥发)过程,那些在同一固定相中吸附(或分配)系数有差异的被测组分,流出色谱柱的时间不同,即保留时间不同,这样各组分按照时间的先后被分离检测出来,达到分离测定混合物的目的。因此,不同的物质分配系数的差异是色谱分离检测的基础。

### 2.3 安捷伦GC7820型配置:

GC7820型FX-A-117,配有一个EPC控制的隔垫吹扫进样口,一个FID检测器,两个六通阀,PORAPAK.Q(柱1)和MoiSieve 5A(柱2)色谱柱以及镍转化炉辅助装置。见阀图1。

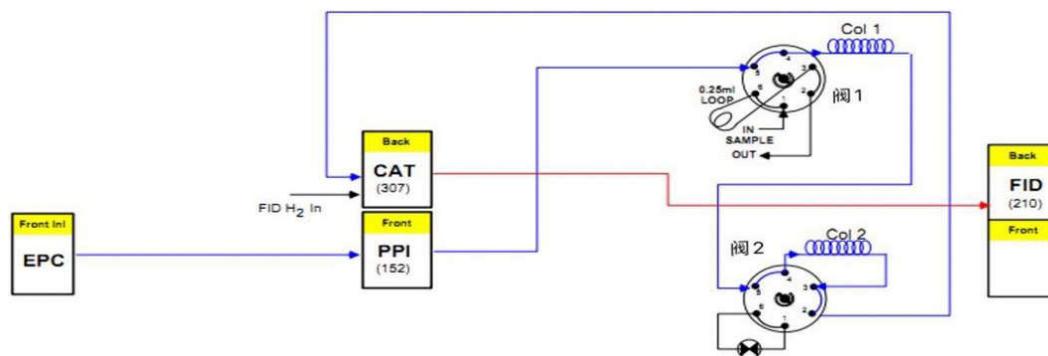


图1 色谱流程图

### 3 仪器存在的问题及处理方法

#### 3.1 仪器存在问题

从2021年1月~2月对空分分子筛气体检测时, CO<sub>2</sub>标气测定时发现检测含量逐渐偏低, 标气含量在3.96ppm, 最低时含量在2.38ppm。只有通过不断通入氢气进行活化, 提高检测灵敏度, 如图2所示。

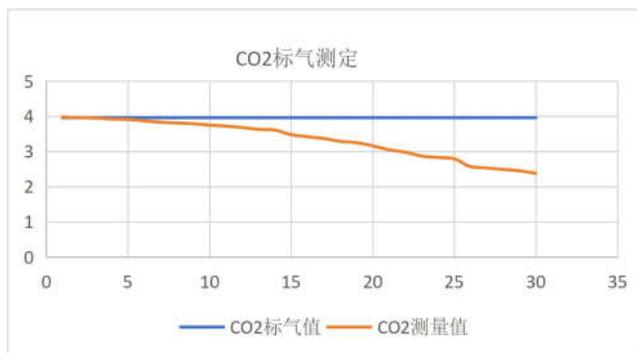


图2 标气分析对比

气相色谱法分析空分分子筛入口和出口气体中微量的二氧化碳含量, 仪器性能逐渐下降, 从30次的实验统计对比分析, 确定镍转化炉中进入氧气会对微量CO<sub>2</sub>分析有影响, 所以研究气相色谱分析脱氧至关重要, 经验首先排查气路系统。根据资料<sup>[2]</sup>, 载气流量对基线稳定和组分的分离十分重要, 实现载气流量控制。

#### 3.2 问题分析

##### 3.2.1 空分分子筛入口和出口气体成分分析

在分析空分分子筛入口和出口气体成分时, 一个关键的观察是其中含有氧气。这个发现对实验过程有着深远的影响, 特别是当考虑到气相色谱的镍转化炉中的催化剂镍触媒。氧气在样品气中的存在是一个潜在的威胁, 因为它有可能对镍触媒造成损害。当氧气与镍触媒接触时, 会导致其中毒, 进而失去活性。这种失活现象不仅会降低仪器的性能, 还会影响到整个分析过程的准确性和可靠性。

为了更好地理解氧气对镍触媒的影响, 我们需要进一步探讨镍触媒的工作原理。镍触媒在气相色谱分析中起着至关重要的作用, 它负责将样品中的化合物转化为可检测的形式。然而, 当氧气存在时, 它会与镍触媒发生反应, 形成氧化物, 导致镍触媒失去催化活性。这种反应是不可逆的, 意味着一旦镍触媒中毒, 就无法再通过简单的方法恢复其活性。

为了应对这一挑战, 研究人员需要寻找一种有效的方法来去除样品中的氧气, 从而保护镍触媒免受损害。一种可能的方法是使用脱氧剂, 它可以在不影响其他化合物的情况下, 选择性地去除氧气。通过这种方法, 我

们可以延长镍触媒的使用寿命, 同时确保气相色谱分析的准确性和可靠性。

##### 3.2.2 实验室脱氧分析微量CO<sub>2</sub>的能力

在分析空分分子筛入口和出口气体成分及含量时, 微量CO<sub>2</sub>的脱氧分析是一个重要的环节。然而, 目前实验室在这一方面并不具备相应的能力。这主要是由于缺乏先进的仪器和技术来精确测量微量CO<sub>2</sub>的浓度。

微量CO<sub>2</sub>的脱氧分析对于许多领域都至关重要, 包括环境监测、工业生产过程控制以及生物医学研究等。在这些领域中, 准确地测量微量CO<sub>2</sub>的浓度对于了解环境状况、优化生产流程和推动科学研究具有重要意义。

为了提高实验室在微量CO<sub>2</sub>脱氧分析方面的能力, 可以考虑引进先进的仪器和技术。例如, 可以引入高灵敏度的气体分析仪器, 如质谱仪或红外光谱仪, 这些仪器能够精确地测量微量CO<sub>2</sub>的浓度。此外, 还可以开发新的分析方法和技术, 以提高测量的准确性和灵敏度。

同时, 实验室还需要加强人员培训和技术交流, 提高研究人员在微量CO<sub>2</sub>脱氧分析方面的专业知识和技能。通过不断学习和实践, 实验室将逐渐积累起丰富的经验和技能储备, 为未来的科学研究和技术创新提供有力支持。

##### 3.2.3 去除样品中氧气以延长镍触媒寿命

在甲烷转换炉中, 镍触媒扮演着至关重要的角色。然而, 氧气作为常见的杂质, 会对镍触媒产生氧化作用, 导致其性能下降, 寿命缩短。为了改善这一状况, 我们需要采取措施去除样品中的氧气, 从而延长镍触媒的使用寿命。这不仅有助于保护昂贵的镍触媒资源, 更能提高整个分析过程的效率和准确性。

在实际操作中, 我们可以采用多种方法来去除样品中的氧气。其中, 使用脱氧剂是一种常用的方法。脱氧剂具有高度的选择性, 能够在不影响其他化合物的情况下, 有效去除样品中的氧气。然而, 选择适合的脱氧剂并非易事, 需要根据具体的实验条件和要求来确定。例如, 在某些高温环境下, 某些脱氧剂可能会失去活性, 因此需要选择能够承受高温的脱氧剂。同时, 脱氧剂的使用量也需要严格控制, 过多或过少都可能导致效果不佳。

除了使用脱氧剂外, 我们还可以通过优化实验条件来减少氧气的产生。一种常见的方法是降低样品的温度或压力。随着温度和压力的降低, 氧气在样品中的溶解度也会相应减少, 从而降低其对镍触媒的氧化作用。然而, 降低温度和压力可能会对其他实验参数产生影响, 因此需要在综合考虑后做出决策。

此外, 为了防止氧气进入样品系统, 我们还可以采

取一系列密封措施。例如，在连接管道和接口处使用密封垫圈或密封胶，确保系统的气密性。同时，定期对系统进行检漏，及时发现并修复可能存在的泄漏点。

综上所述，通过采用脱氧剂、优化实验条件和采取密封措施等多种方法，我们可以有效地去除样品中的氧气，从而延长镍触媒的使用寿命。这将有助于提高分析过程的效率和准确性，同时保护昂贵的镍触媒资源。在实际操作中，我们需要根据具体的实验条件和要求，灵活选择和应用这些方法，以确保最佳的实验效果。通过去除样品中的氧气，我们可以有效地延长镍触媒的使用寿命，提高气相色谱分析的准确性和可靠性。这对于实验室的日常工作和科学研究都具有重要的意义。

### 3.3 仪器设备改造

经过深入的资料查找和与业内专家的广泛交流，我们对新采购的仪器配置图进行了详细研究。为了实现更为精确的气体分析，我们发现需要增加一组载气，其主要目的是排除气样中的氧气组分。氧气作为一种常见的气体成分，在许多分析过程中都可能对结果产生干扰，因此，去除它对于确保分析准确性至关重要。

在进气量控制方面，虽然理想的解决方案是引入电子EPC控制模块，但由于当前条件限制，我们无法立即实现这一配置。因此，我们决定充分利用现有技术和材料，通过一系列的实验和尝试，寻找替代方案。

在这个过程中，我们采用了双阀控制气体进样量的方法。这种方法不仅有效地控制了进样量，而且通过精细调节，可以确保进样的稳定性和准确性。为了确保气体的纯净度，我们设计了一段5米长、1/8英寸的铜管，用作气体平衡及放空组件。铜管内部经过精心设计和处理，能够有效去除气体中的杂质，确保分析结果的准确性。

通过这一系列的改进和创新，我们成功研制出了气相色谱分析脱氧技术。在实际应用中，这一技术能够在分析气体时有效脱除氧气，从而大大提高了分析的准确性和可靠性。这一技术的成功研制和应用，不仅展现了我们在气相色谱分析领域的创新能力，也为相关行业的发展提供了有力的技术支持。

综上所述，通过深入研究和实践探索，我们成功克服了一系列技术难题，实现了气相色谱分析脱氧技术的

创新。这一技术的成功应用，将为我们提供更加准确、可靠的气体分析结果，为相关领域的科研和生产活动提供有力支持。同时，我们也期待在未来的工作中，继续探索更多创新性的技术解决方案，为推动行业发展和技术进步做出更大的贡献。

### 3.4 调试仪器测试

经过对分析方法优化后，为验证方法的准确性和精密度，重复7次对同一标准气进样分析，其结果见表4。

表1 准确度和精密度试验数据分析

次数	117色谱CO <sub>2</sub>	119色谱CO <sub>2</sub>
1	3.96	3.99
2	3.98	3.97
3	4.10	3.94
4	4.11	4.13
5	4.05	4.03
6	3.93	3.95
7	3.94	3.96
平均值	4.01	4.00
真实值	3.96	3.96
相对误差%	0.012626263	0.009018759
标准偏差%	0.075718778	0.066296592
相对标准偏差%	0.018882488	0.016591925

经过表4验证，此方法的相对误差小，相对标准偏差都在不大于2.86%范围内，满足气体分析方法相对标准偏差小于10%的要求<sup>[3]</sup>。

## 4 结论

本文通过实验证明，改造后对参数优化调整，分析方法准确度和精密度，重复性和再现性，满足空分工艺装置分析微量CO<sub>2</sub>需求，提升了色谱性能，延长了色谱使用寿命，降低成本消耗，提高了工作效率，加快了开车进度，提供参考价值，企业实现降本增效。

### 参考文献

- [1]孙元璐.气相色谱仪故障经验分析[J].包钢科技, 2020,46(01):86-90.
- [2]吴方迪,张庆合.色谱仪器维护与故障排除[M].北京: 化学工业出版社,2008:218-223.
- [3]王婧.液氧中微量杂质分析的方法[J].吐哈油气, 2009,6(14):119.