



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104198601 A

(43) 申请公布日 2014. 12. 10

(21) 申请号 201410412638. 6

(22) 申请日 2014. 08. 20

(71) 申请人 国家电网公司

地址 250002 山东省济南市市中区望岳路
2000 号

申请人 山东电力研究院

(72) 发明人 米劲臣 齐国栋 于乃海 李婧

胥婷 张杏梅 胡小男

(74) 专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限

公司 37221

代理人 赵妍

(51) Int. Cl.

G01N 30/02 (2006. 01)

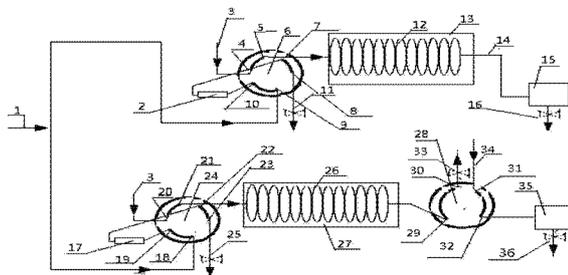
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种色谱柱并联分析装置及方法

(57) 摘要

本发明公开了一种色谱柱并联分析装置及方法, 包括一个进样管, 进样管分别与第一进样阀接口 V 和第二进样阀接口 I 相连, 第一进样阀的接口 II 与第一色谱柱入口相连, 接口 VI 串联定量管 I 后与接口 III 相连, 接口 IV 与放空阀相连, 接口 I 连接载气; 第一色谱柱的出口与第一检测器相连; 所述的第二进样阀接口 II 串联定量管 II 后与接口 V 相连, 接口 III 连接载气, 接口 IV 连接第二色谱柱的入口; 接口 VI 连接放空阀 III, 第二色谱柱的出口连接四通切换阀的接口 I, 接口 II 连接放空阀 IV, 接口 III 连接载气, 接口 IV 连接第二检测器。本发明一次进样, 两根色谱柱并联分离, 互不干扰, 既可以防止因多检测器串联引起的峰型拓宽, 又可以极大的节省试验时间。



1. 一种色谱柱并联分析装置，其特征在于：包括一个进样管，所述的进样管分别与第一进样阀接口 V 和第二进样阀接口 I 相连，所述的第一进样阀的接口 II 与第一色谱柱入口相连，接口 VI 串联定量管 I 后与接口 III 相连，接口 IV 与放空阀相连，接口 I 连接载气；所述的第一色谱柱的出口与第一检测器相连；所述的第二进样阀接口 II 串联定量管 II 后与接口 V 相连，接口 III 连接载气，接口 IV 连接第二色谱柱的入口；接口 VI 连接放空阀 III，第二色谱柱的出口连接四通切换阀的接口 I，接口 II 连接放空阀 IV，接口 III 连接载气，接口 IV 连接第二检测器。

2. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所述的第一检测器连接一个放空阀 II，第二检测器连接一个放空阀 V。

3. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所述的第一色谱柱为填充柱，填料为 PorapakQ。

4. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所述第二色谱柱为 Gaspro 毛细管柱。

5. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：定量管 I 的容积为 0.5mL，定量管 II 的容积为 0.15mL，最大不超过 0.25mL。

6. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所述的第一色谱柱设置在第一独控柱箱内，所述的第二色谱柱设置在第二独控柱箱，第一独控柱箱和第二独控柱箱的可控温度范围为 20℃～280℃。

7. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所述的第一检测器为 PPD 氦离子检测器，或 TCD 热导检测器。

8. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所述的第二检测器为 PPD 氦离子检测器，或 FPD 硫化物检测器。

9. 如权利要求 1 所述的色谱柱并联分析装置，其特征在于：所用载气均为氦气。

10. 如权利要求 1-9 任一所述的色谱柱并联分析装置的分析方法，其特征在于，如下：
进样前，样品经过第一进样阀接口 V 和第一进样阀接口 VI 进入定量管 I，再流经第一进样阀接口 III、第一进样阀接口 IV 从放空阀 I 放空，与此同时，样品经过第二进样阀接口 I 和第二进样阀接口 II 进入定量管 II，再流经第二进样阀接口 V 和第二进样阀接口 VI 从放空阀 III 放空；进样时，第一进样阀和第二进样阀同时切换，载气分别带着定量管 I 和定量管 II 中的样品分别进入第一色谱柱和第二色谱柱进行分别分离，第一独控柱箱和第二独控柱箱各自调整柱温至最有利于分离的最佳值；定量管 I 中的样品经过第一色谱柱分离后由连接管路进入第一检测器，检测完毕的尾气经由放空阀 II 放空，定量管 II 中的样品经由第二色谱柱分离后经过一个四通切换阀进入第二检测器，最后由放空阀 V 放空；四通切换阀切换前，样品处于放空状态，切换后进入第二检测器，可以实现 SF₆ 组分不进入第二检测器检测。

一种色谱柱并联分析装置及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种气相色谱分析装置,尤其适用于六氟化硫分解产物的色谱分析。

背景技术

[0002] 比较成熟的六氟化硫分解产物的色谱分析流程均是采用双检测器检测模式,一般安装 TCD 通用型热导检测器,和硫化物检测器(例如 FPD 硫化物检测器),前者用于对六氟化硫分解产物中的四氟化碳(CF₄),CO(一氧化碳),CO₂(二氧化碳)等物质进行检测,后者用于对氟化硫酰(SF₂O₂),氟化亚硫酰(SF₂O),硫化氢(H₂S),二氧化硫(SO₂)等含硫化物进行检测,。目前,一般采用检测器串联分析流程,即是载气带着样品经过一个定量管、色谱柱后依次进入两个检测器进行检测,但是这种流程的主要缺点是:第一,六氟化硫的拖尾情况很严重,甚至有时候会盖住其后面的小浓度组分,例如氟化硫酰;第二,同一试验条件下,出峰时间越靠后,则出峰峰型越宽,越不易检测,由于是检测器采用串联方式,样品经过高温 TCD 检测器(一般 TCD 检测器的温度达到 250℃ 以上)后再进入硫化物检测器会导致硫化物检测器上出峰的组分峰型拓宽,定量误差较大,不利于进行痕量分析;第三,SF₆ 分解产物中含量最高的无疑是 SF₆,如果 SF₆ 组分在硫化物检测器中检测,它的峰高将非常高甚至超过检测器极限值(例如 FPD 检测器),从而导致整个谱图不易观察小含量组分,且极不美观;第四,检测器串联甚至有的流程采用色谱柱串联的检测方式,直接导致的结果就是检测时间较长。在现有的技术上,由于在 SF₆ 以后出峰的组分含量较小且不易和 SF₆ 分离,一般采用二次分离的方式,即两根色谱柱(一根填充柱,一根毛细管柱)串联进行分离,但是由于两根色谱柱均在同一柱箱内,且两种柱子对柱温的要求相差很大,柱箱温度的控制难度很大,并不利于快速检测。综上,发明一种新型的能够快速实现对 SF₆ 分解产物全组分进行检测的色谱分析装置很有必要。

发明内容

[0003] 为了解决以上问题,本发明提出一种色谱柱并联分析装置及方法。

[0004] 本发明所采用的技术方案是:

[0005] 一种色谱柱并联分析装置,包括一个进样管,所述的进样管分别与第一进样阀接口 V 和第二进样阀接口 I 相连,所述的第一进样阀的接口 II 与第一色谱柱入口相连,接口 VI 串联定量管 I 后与接口 III 相连,接口 IV 与放空阀相连,接口 I 连接载气;所述的第一色谱柱的出口与第一检测器相连;所述的第二进样阀接口 II 串联定量管 II 后与接口 V 相连,接口 III 连接载气,接口 IV 连接第二色谱柱的入口;接口 VI 连接放空阀 III,第二色谱柱的出口连接四通切换阀的接口 I,接口 II 连接放空阀 IV,接口 III 连接载气,接口 IV 连接第二检测器。

[0006] 所述的第一检测器连接一个放空阀 II,第二检测器连接一个放空阀 V。

[0007] 所述的第一色谱柱为填充柱,填料为 PorapakQ;

[0008] 所述第二色谱柱为 Gaspro 毛细管柱;

[0009] 定量管 I 的容积为 0.5mL, 定量管 II 的容积为 0.15mL, 最大不超过 0.25mL。

[0010] 所述的第一色谱柱设置在第一独控柱箱内, 所述的第二色谱柱设置在第二独控柱箱, 可控温度范围为 20℃~280℃。

[0011] 所述的第一检测器为 PPD 氦离子检测器, 或 TCD 热导检测器。

[0012] 所述的第二检测器为 PPD 氦离子检测器, 或 FPD 硫化物检测器。

[0013] 所用载气均为氦气。

[0014] 色谱柱并联分析装置的分析方法如下:

[0015] 进样前, 样品经过第一进样阀接口 V 和第一进样阀接口 VI 进入定量管 I, 再流经第一进样阀接口 III、第一进样阀接口 IV 从放空阀 I 放空, 与此同时, 样品经过第二进样阀接口 I 和第二进样阀接口 II 进入定量管 II, 再流经第二进样阀接口 V 和第二进样阀接口 VI 从放空阀 III 25 放空; 进样时, 第一进样阀和第二进样阀同时切换, 载气分别带着定量管 I 和定量管 II 中的样品分别进入第一色谱柱和第二色谱柱进行分别分离, 第一独控柱箱和第二独控柱箱各自调整柱温至最有利于分离的最佳值; 定量管 I 中的样品经过第一色谱柱分离后由连接管路进入第一检测器, 检测完毕的尾气经由放空阀 II 放空, 定量管 II 中的样品经由第二色谱柱分离后经过一个四通切换阀进入第二检测器, 最后由放空阀 V 放空; 四通切换阀切换前, 样品处于放空状态, 切换后进入第二检测器, 可以实现 SF₆ 组分不进入第二检测器检测。

[0016] 本发明的工作过程如下:

[0017] 安装两个进样阀, 实现一次进样, 样品在同一时间分别进入不同的色谱柱进行分离, 再进入不同的检测其进行检测, 其中检测硫化物的检测器前接一个四通阀, 两个色谱柱分别在两个可以独立控温的柱箱内。

[0018] 本发明的有益效果是,

[0019] 一次进样, 两根色谱柱并联分离, 互不干扰, 既可以防止因多检测器串联引起的峰型拓宽, 又可以极大的节省试验时间, 可以独立控温的柱箱能够保证两根色谱柱所处的柱温对各自分离的组分有利, 四通阀可以实现让六氟化硫不进入检测器检测, 保证六氟化硫和气候的完美分离的同时, 也使整个谱图显得美观。

附图说明

[0020] 图 1 本发明的具体结构图;

[0021] 图 1 中: 1. 进样管; 2. 定量管 I; 3. 载气; 4. 第一进样阀接口 I; 5. 第一进样阀接口 II; 6. 第一进样阀; 7. 第一进样阀接口 III; 8. 第一进样阀接口 IV; 9. 第一进样阀接口 V; 10. 第一进样阀接口 VI; 11. 放空阀 I; 12. 第一色谱柱; 13. 第一独控柱箱; 14. 连接管路; 15. 第一检测器; 16. 放空阀 II; 17. 定量管 II; 18. 第二进样阀接口 I; 19. 第二进样阀接口 II; 20. 第二进样阀接口 III; 21. 第二进样阀接口 IV; 22. 第二进样阀接口 V; 23. 第二进样阀接口 VI; 24. 第二进样阀; 25. 放空阀 III; 26. 第二色谱柱; 27. 第二独控柱箱; 28. 四通切换阀; 29. 四通切换阀接口 I; 30. 四通切换阀接口 II; 31. 四通切换阀接口 III; 32. 四通切换阀接口 IV; 33. 放空阀 IV; 34. 四通阀辅助载气; 35. 第二检测器; 36. 放空阀 V。

具体实施方式

[0022] 下面结合附图对本发明进行详细说明：

[0023] 进样管 1 分别和第一进样阀接口 V 9 和第二进样阀接口 I 18 相连,且属于并联;定量管 I 2 一端和第一进样阀接口 VI (相连),另一端和第一进样阀接口 III 7 相连,放空阀 I 11 与第一进样阀接口 IV 8 相连;定量管 II 17 一端与第二进样阀接口 II 19 相连,另一端与第二进样阀接口 V 22 相连,放空阀 III 25 和第二进样阀接口 VI 23 相连;第一进样阀接口 II 和色谱第一色谱柱 12 进样端相连,第一检测器 15 和色谱第一色谱柱 12 的出样端相连,放空阀 II 16 与检测器相连;第二进样阀接口 IV 21 色谱第二色谱柱 26 进样端相连,色谱第二色谱柱出样端和四通切换阀接口 I 29 相连,放空阀 IV 33 和四通切换阀接口 II 30 相连,四通阀辅助载气 34 连入四通切换阀接口 III 31,四通切换阀接口 IV 32 和第二检测器 35 相连,放空阀 V 36 和第二检测器 35 相连。

[0024] 进样前,样品经过第一进样阀接口 V 9 和第一进样阀接口 VI 10 进入定量管 I 2,再流经第一进样阀接口 III 7、第一进样阀接口 IV 8 从放空阀 I 11 放空,与此同时,样品经过第二进样阀接口 I 18 和第二进样阀接口 II 19 进入定量管 II 17,再流经第二进样阀接口 V 22 和第二进样阀接口 VI 23 从放空阀 III 25 放空;进样时,第一进样阀 6 和第二进样阀 24 同时切换,载气 3 分别带着定量管 I 2 和定量管 II 17 中的样品分别进入第一色谱柱 12 和第二色谱柱 26 进行分别分离,第一独控柱箱 13 和第二独控柱箱 27 各自调整柱温至最有利于分离的最佳值;定量管 I 2 中的样品经过第一色谱柱 12 分离后由连接管路 14 进入第一检测器 15,检测完毕的尾气经由放空阀 II 16 放空,定量管 II 17 中的样品经由第二色谱柱 26 分离后经过一个四通切换阀 28 进入第二检测器 35,最后由放空阀 V 36 放空;四通切换阀 28 切换前,样品处于放空状态,切换后进入第二检测器 35,可以实现 SF₆ 组分不进入第二检测器检测。

[0025] 第一色谱柱为填充柱,填料可为 PorapakQ,不排除其他对分离有利的填料;所述第二色谱柱为 Gaspro 毛细管柱,不排除其他有效毛细管柱。相对应的,定量管 I 的容积为 0.5mL,定量管 II 的容积为 0.15mL,最大不超过 0.25mL。

[0026] 第一独控柱箱和第二独控柱箱,可控温度范围为 20℃~280℃,设置温度根据实验条件选取。

[0027] 四通切换阀 28 安装在第二检测器和第二色谱柱之间,初始时第二色谱柱过来的样品处于放空状态,即不进入第二检测器,切换后,样品进入第二检测器,这样就可以控制 SF₆ 的出峰,不让 SF₆ 组分进入第二检测器进行检测,从而减小对其后组分的影响,也使谱图更加美观。

[0028] 第一检测器可以为 PPD 氦离子检测器,也可以为 TCD 热导检测器。所述的第二检测器可以为 PPD 氦离子检测器,也可以为 FPD 硫化物检测器,所用载气均为氦气。

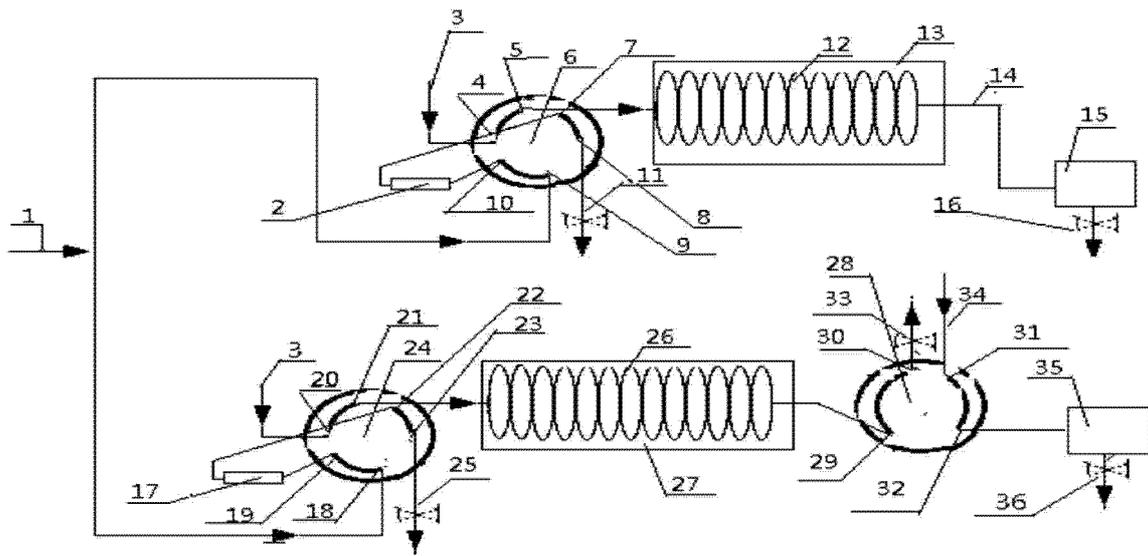


图 1