

色谱分析仪在低温甲醇中的应用

在线色谱分析仪测量原理以及安装事项总结——色谱分析仪作为低温甲醇系统的重仪表，对系统开车及生产的稳定运行极其重要，本文主要介绍色谱分析仪的原理，以及在安装调试过程中需要注意的事项，采用流路合并的并联测量方式，缩短测量周期，提高系统控制的实时性。

文 / 崔红林 李芳 杜锦龙 边宏波

在大型煤化工项目中，组分的分析在系统开车以及正常生产过程中具有极其重要的作用，是工艺人员判断该工段操作是否达标的关键指标，在低温甲醇洗 T1601 塔出口气体中含有 H_2S 、 COS 、 CO_2 等气体成分，总硫含量小于 0.3 ppm， CO_2 含量小于 5 ppm，否则会造成合成塔催化中毒以及液氮洗管道的冻堵等，因此需要对系统组分进行实时分析。经过多个项目的应用以及分析，在线气相色谱分析仪作为一种直接安装在工艺流程中对物流的成分和物性参数进行自动连续分析的仪表，样气需要通过预处理系统后进入色谱分析仪进行分析，整个过程持续时间较长，对工艺的自动控制产生不利影响。目前我公司采用西门子 Maxum edition II，分析总硫和 CO_2 含量，分析一次需要 6 min 时间，无法满足现场实际需求，经过多个项目经验的积累，并

结合厂家技术人员，从色谱分析仪安装、分析方案等方面着手，进行改进，目前可以将分析时间缩短至 3 min，提高了总硫和 CO_2 测量的实时性，现在将相应的改动方法介绍如下。

分析仪的并联测量原理

为了缩短色谱分析仪对低温甲醇洗总硫、 CO_2 等成分的分析周期，需要对该方案的可行性和原理进行分析。在分析可行性方案前，必须对流路进行解释，流路：Stream（流路）是用以分析的样品源。它既可以是工艺管路中待测

样品，也可以是用来标定的标准样品。1 台色谱可以有 1 个或多个流路（最多 19 个），但是在某一段时间段只能有 1 路待测样品进入色谱仪进行分析（1 个流路对应 1 个采样点）。

根据某公司新疆项目、新乡项目低温甲醇洗工段，色谱分析仪的取样点如图 1 所示，设备的配置见表 1、表 2。根据图 1 所示，工艺流程图给出的为两个流路，然而在实际测量中，为一个采样点，分析两个组分。目前新疆项目和新乡项目分析总硫和 CO_2 的周期分别为 6 min 和 3 min，现在将其配置对比

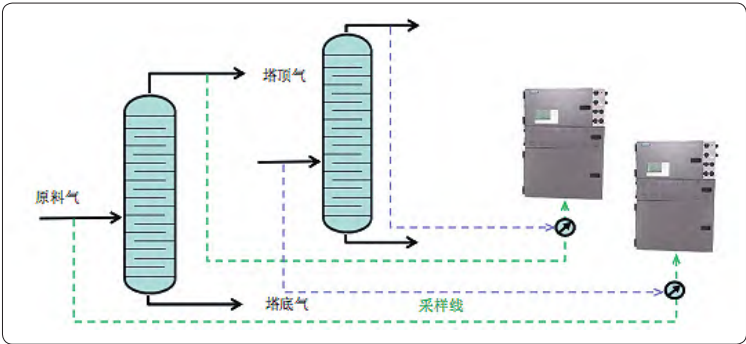


图 1 取样位置

本文作者供职于江西心连心化学工业有限公司。

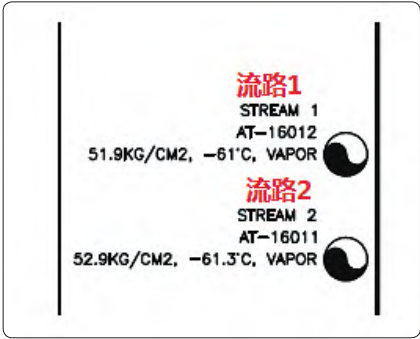


图 2 新乡项目流路配置

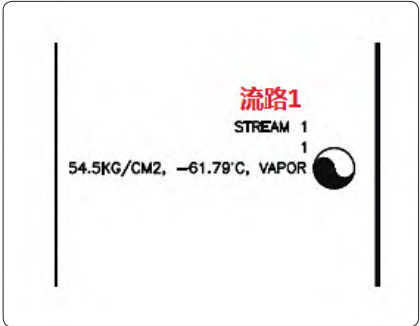


图 3 新疆项目流路配置

如下。

1. 色谱柱配置

色谱柱配置：不管是几个流路

一根色谱柱不可能分离出总硫和 CO₂，必须在毛细管色谱柱填充不同的固定相。必须单独设置不同的色谱柱来对总硫和 CO₂ 进行分离。流路配置如图 2 和图 3 所示。新乡项目配置两个流路，新疆项目配置 1 个流路。

从表 1 和表 2 的配置图中可以看出分离 H₂S 和 COS 的色谱柱都经过钝化处理（硅钢管），分离 CO₂ 的色谱柱选的是 316 不锈钢管，里面根据需求分离的组份放入不同的填充物（填料）。分离总硫的色谱柱中填充 1.5%OV225（高惰性交联）和 1.0% 的磷酸，所以新乡公司与新疆公司分离总硫的毛细管色谱柱长度一样。分离 CO₂ 的色谱柱新乡和新疆公司都是采用的安捷伦色谱柱，新乡使用的固定相填充物为

HAYESEP N 型的新疆为 HAYESEP Q 型，所以长度不一样，从长度来看新乡项目的分离效果较好。

2. 方法应用及序列

方法：是用来控制色谱分析仪相关硬件的一系列参数，包括阀动作时间、柱箱温度控制、气路压力调整、检测器设置、检测信号的处理。

序列：是一个关于流路 / 方法的顺序列表。序列规定分析仪按照什么样的顺序分析流路样品。比如我们有 2 个流路，序列就是定义先分析流路的先后顺序。

应用：是指一套用以单独完成一个分析任务的所有部件的集合体。每个应用有独立的硬件。

3. 分析仪气路配置

FPD 检测器流路柱切图配置（总硫检测）如图 4 所示。其中 SL1 为柱切阀，其中 FROM SH 为样气进口，CAR L1 为载气进口，LOOP SIZE 760 μL 为样品定量管，

表 1 新乡项目配置列表

COL#	LENGTHm	TUBING TYPE	COLUMN DESCRIPTION	FUNCTION OF COLUMN
L1-1	2.0	1/8IN SULFINERT	1.5%OV225/1%H3PO4-60/80 CARBOBLACKB	BACKFLUSH HEAVIER THAN COS
L1-2	3.0	1/8IN SULFINERT	1.5%OV225/1%H3PO4-60/80 CARBOBLACKB	SEPARATE H ₂ S AND COS
R1-1	0.5	1/8IN 316SS	HAYESEP N 80/100	BACK FLUSH C ²⁺ SET UP HEA
R1-2A	2.0	1/8IN 316SS	HAYESEP N 80/100	SEPARATE CO ₂ FROM HEARTCUT RAMP
R1-2B			METHANATOR	CONVERT CO ₂ TO CH ₄

表 2 新疆项目配置列表

COL#	LENGTHm	TUBING TYPE	COLUMN DESCRIPTION	FUNCTION OF COLUMN
L1-1	2.0	1/8IN SULFINERT	1.5%OV225/1%H3PO4-60/80 CARBOBLACKB	BACKFLUSH HEAVIER THAN COS
L1-2	3.0	1/8IN SULFINERT	1.5%OV225/1%H3PO4-60/80 CARBOBLACKB	SEPARATE H ₂ S AND COS
R1-1	1.0	1/8IN 316SS	HAYESEP Q 80/100	BACK FLUSH C ²⁺ SET UP HEA
R1-2A	3.0	1/8IN 316SS	HAYESEP Q 80/100	SEPARATE CO ₂ FROM HEARTCUT RAMP
R1-2B			METHANATOR	CONVERT CO ₂ TO CH ₄

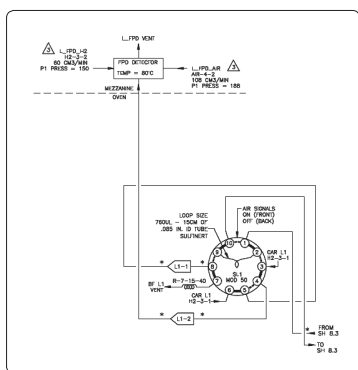


图 4 FPD 流程配置图

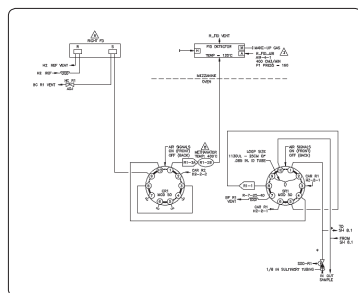


图 5 FID 流程配置图

L1-1 为色谱柱（预分离柱），L1-2 为色谱柱（主分离柱）。

当 SL1 阀为 OFF 时，此时具体流程为 FROM SH 样气进口 → ① → ② → LOOP SIZE 760 μ L → ⑨ → ⑩ → TO SH。当 SL 阀为 ON 时，载气从 ③ → ② → ⑨ → ⑧ → L1-1 → ⑤ → ④ → L1-2 → FPD。

柱 1 为填充柱，起到预分离效果，样品在柱 1 内被分成 2 个集团。前面的集团是被测组分，需要进入到柱 2 进行进一步分离直到全部分开进入检测器进行定量测量。后面的集团是不被测组分，当前面

的集团刚好流出柱 1，后面的集团还在柱 1 内时，通过柱切技术切换气路组合，载气将反向吹柱 1，将柱 1 内后面的集团介质吹出柱外。柱 2 是主分离柱，起到组分分离的作用。流出柱 1 的前面集团的介质在柱 2 内进行细致分离，因为柱 2 通常都很长，气阻较大，因此分析时间多数都消耗在这个阶段。当全部介质都流出柱外并被检测器检测出来后，一个分析周期结束了。

CO₂ 用 FID 检测器配置柱切图 5 所示，与 FPD 柱切原理一致不再叙述。目前新乡与新疆在 FID 和 FPD 的配置一致。

通过对比，新乡项目与新疆项目色谱分析仪的色谱柱、50 阀、检测器配置一样，新乡公司色谱分析仪是按照 2 个流路设计的，因此在方法中有两种方案可供选择，通过控制分析仪的相关硬件的动作及软件的配置，保证一个取样点两个流量同时工作，缩短分析的分析周期，硬件成本增减较少。

安装调试

本次低温甲醇洗安装 1 台气相色谱分析仪，配置 2 台检测器，分别为 FID 和 FPD。通过安装调试，目前通过一台色谱分析仪可以满足现场工艺监控需求，时间由原来的 6min 缩短到目前的 3min，在安装以及调试过程中需要注意以下几个问题，以保证调试的快速性和准确性。

调试准备工作

1. 在调试前要检查采样管线，辅助气路管线的敷设是否合理，尽可能地缩短采样管线的长度，减少分析滞后时间，分析小屋的布置要避免开强磁场和振动的干扰。

2. 辅助气路，采用管线、标准气等相关管线要吹扫到位，同时控

制色谱仪表风压力（ ≥ 700 kPa），色谱载气压力（ ≥ 600 kPa），同时采用泡沫水或者其他方式检查管理的气密性，压力太低无法保证分析的正常工 作，太高会损坏分析相关器件。

3 依据接线图检查是否正确，并对接地进行测量保证可靠性，逐步送电进行检查。

色谱分析仪的调试

色谱分析仪在投运前必须经过标定等相关流程，整体的调试过程如图 6 所示，但是在调试及投运中需要注意几个问题。（1）正常运行或者准备投运前，载气的压力和流量要正常运行，逐步通入样气，排净管道内的滞留气体，因此前几个周期的分析数据是不准确的，需要经过几个周期后，分析数据有效。

（2）分析仪短暂停运时，为了保证分析仪的稳定运行，只需要关闭样气，载气不停。（3）分析仪关闭时，先断电，10 min 后停样气，30 min 后停载气和仪表空气。（4）分析仪重新投运时，应先通载气和样气后上电，预热 2 h 以上，待分析仪检测器，空气浴加热器，柱箱达到设定的温度后，通入样气。

总结

在线色谱分析仪作为气体成分分析的重要手段，在分析多个组分时，分析周期较长，产生的滞后时间大，不仅仅对控制系统是一个极大的挑战。在系统开车期间，会由该问题造成系统放空时间加长，浪费原料。通过与新疆、新乡基地的对比，在基本不增加成本的同时，简短了分析仪的分析周期，减少滞后时间，有利于控制，并对分析仪的安装、调试等进行总结，为后续分析仪的选型、配置等积累一定的经验。

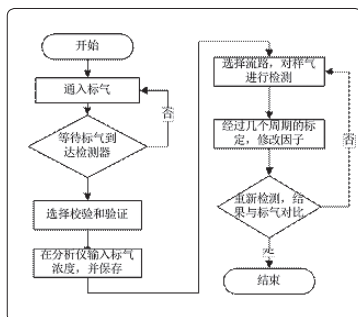


图 6 分析仪调试流程图