

改用 H₂ 作为载气的好处和原因

很多气相色谱仪实验室都使用氦气作为载气，因为它比氮气更快，比氢气更安全。不幸的是，氦气是一种有限的自然资源，变得越来越稀缺了。目前的短缺，使得氦气价格变得更加贵，而且在需要的时候不总是能满足需求的，已经严重影响了色谱层析法。氦气在宇宙中确实很丰富，但是在地球上却是很稀有的，因为它是由天然气的组分蒸馏产生的。

美国是氦气的主要生产国，但是它的主要储存，美国国家氦气的储量（占据了全球供应的约 30%）预计将会在 2018 年减少。其它氦气供应估计无法缓和当前的短缺，很多 GC 实验室都在考虑使用 H₂ 作为载气替代品。更快的分析、较低的成本及 H₂ 无限的可能性使之成为最佳的色谱选择，但是它的易燃性意味着操作步骤必须很小心谨慎。通过使用安全、可靠的氢气发生器，懂得如何去调整方法，将载气从氦气转换为氢气，实验室可以获得较好的实验室生产力和节约成本。

安全考虑

当将载气换成氢气，首先要考虑的第一个问题是，要认识和管理安全问题。值得庆幸的是氢气发生器是这些风险最小化。与通常在 200atm 下储存 50L 气体的高压气瓶相比，氢气发生器通常在不高于 7atm 时仅仅储存 60ml 气体。这个意味着虽然发生器可以根据需要连续地产生气体，但是储存的体积相当小，使之成为一个相对安全的选择。另外，氢气发生器的气体流量和在一个典型的单元里，其最大流速大约为 500ml/min，当空气中氢气释放到 GC 烤炉里时，这个比 2L/min，空气中氢气的较低爆炸极限的流量要求，要低很多。发生器同样配置了内置的检漏感应器和自动关闭特征，当发生气体泄漏时，会自动关闭发生器单元。随着氦气成本的日益猛增，发生器可以免去那部分成本，保证气体的稳定供应，也排除了在卧式、高压的气瓶中储存大体积的氢气所产生的危险。

另一种安全方式可以通过使用流量控制分析来提高。在今天的 GC 实验室中，分析物可以在压力和流量控制分析之间选择。当使用氢气，流量控制操作时最好的选择，因为像熔融石英毛细柱在进样端折断这样最坏的情况可能会发生。使用流量控制方法，只有在进样管和柱子中的氢气体积可以被释放出来。这是由于在电子压力调节 GC 进样器中的压力调节器不能设定压力，所以一旦系统感应到问题时，会自动进入待机模式。如果需要更高的安全保障，系统同样可以将烤炉中的气体注射进去，并检测不同气体（比如氦气或氢气）的存在。作为更进一步的保护，分析物可以使用金属毛细 MXT 柱，这种柱子几乎是不会破损的，取代了更易于破碎的石英柱。金属毛细柱是高温应用的标准使用柱，例如模拟蒸馏和生物柴油分析，但是它们在较低温下也工作得很好。有些金属柱可能会存在一些活性问题，然而当使用高惰性、经 Siltek 处理的柱子时，也可以得到极好的柱效。

好处和应用

使用氢气作为载气的最大优势是它能显著地缩短分析时间。实际上，分析时间会被在分离中会轻微损失的值为 1.5 或 2 的因子缩短，这将大大提高产率和产量。这个在常用载气的范第

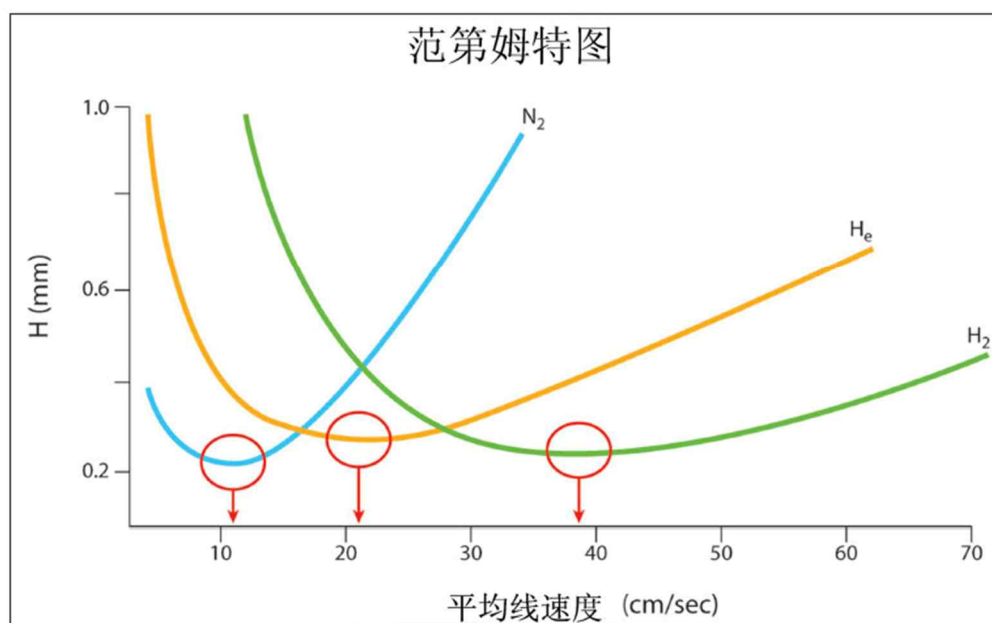
网站: www.globetechchina.com

Tel: 0755-26528158

Email: andrea@globetech.com.cn

姆特图可以清楚显示。(Figure 1)。氮气的柱效最好(最短的高度相当于一个理论塔板),但是它的最大柱效只能在非常慢的速率($\sim 10\text{cm/sec}$)下操作时才能获得:当线速度提高时,效率会以惊人的速度降低。氮气在某种程度上,柱效要低很多,但如果合理提高操作速率($\sim 25\text{cm/sec}$ 是最优的,且在较高速度下,效率损失较少)。然而,最好的色谱柱效出现在使用氢气时。最大柱效可与氮气相当,但可在更宽操作范围内获得好的数据结果。使用氢气时,可以维持优化的线速度,且由于峰是原来的两倍窄,峰的高度是原来的两倍高。这个提高了灵敏度,降低了检测限。但它也允许进样更小体积的样品。使用氢气的优势很明显,但是在实施之前,同样也应该关注方法的转换。

Figure 1: 使用H₂作为载气实现有效分离时间是使用氮气时间的一半



调整方法使之适应氢气载气需要考虑一些馏出温度的问题。从氮气转换成氢气对于等温方法来说,相对比较简单。线速度通过值大概为2的一个因子提高,50%的样品体积在相同的分流比下被注射进去。在相同的灵敏度(峰高度)下的结果,注射较小的体积可带来减少污染的额外好处,这个相反可以减少费用和进样和柱子维护所需的时间。然而,转换温度程序方法更加复杂些,需要额外的改动。当使用氢气时,如果期望得到相同的峰馏出顺序,考虑到温度程序速率也必须改变或者成分的馏出时间会发生改变。为了确保目标分析物能在相同的馏出温度下馏出,烤炉温度程序速率的改变是必须的。粗略来看,当使用两倍线速度时,等温时间必须减半,为了能用一半的时间获得相同的分离,温度程序必须乘以一个数值为2的因子。这些是能够通过计算得知,但是网站上有些免费软件程序有助于更复杂的方法。或者你能利用像 Restek (support@restek.com) 这样的公司帮助

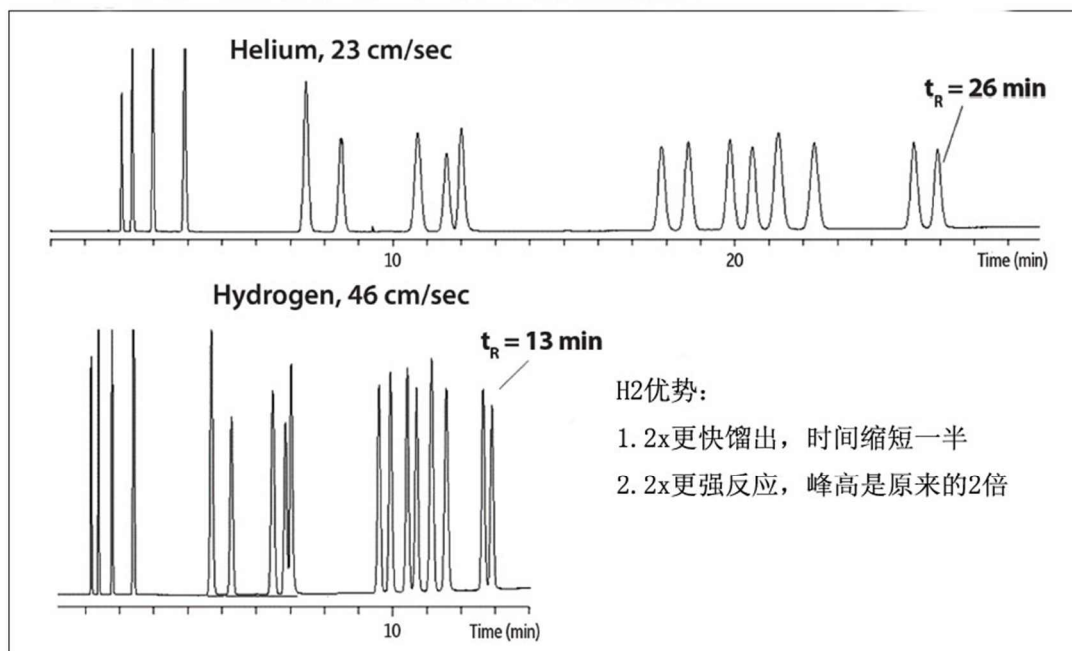
网站: www.globetechchina.com

Tel: 0755-26528158

Email: andrea@globetech.com.cn

台来协助你测试新的设置。

Figure 2: 用H2作为载气，用一半时间即可实现烃类分离



Column: Rt®-Alumina BOND/MAPD; Sample: Hydrocarbon mixture; Injection: Split; Linear velocity: 23 cm/sec (helium), 46 cm/sec (hydrogen); Detector: FID.

网站: www.globetechchina.com

Tel: 0755-26528158

Email: andrea@globetech.com.cn