

# 顶空进样

## 定义

顶空预处理专为将某一化合物从一种不透明的液体介质中样品萃取出来，以便对此化合物进行检测而特别设计制作。当某一过程的流体太粘稠或太脏，以至于光线不能穿过，此时不能直接利用吸收光谱法对样品进行测量。一套顶空系统可以将液体样品的被测组分以一种可控的形式从液相进入气相，然后可以进行毫无干扰的光学测量。

## 应用

原油中的污染物(H<sub>2</sub>S)的测量

脏的废水中的污染物(H<sub>2</sub>S, NH<sub>3</sub>)的测量

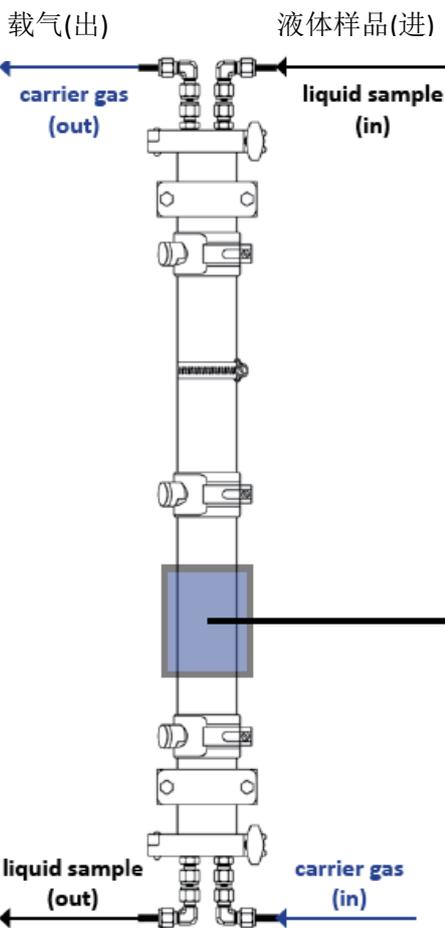
吸收光谱是一种用于过程分析的常用技术。前提是被测化合物的浓度与其吸光度或在某一波长处其吸收的光的数量有直接的比例关系。实际上，是一束光通过被测过程的具有代表性的样品，在流通池另一端的检测器测量被吸收后的光的强度，在损失的光与被测量的化合物的浓度之间建立起关系式。

在过程分析中，**不透明的流体所带来的问题**是这样的流体根本不允许光穿过它。被测介质为高度不透明，或者含有会对光分散的颗粒物，或含有类似于酚类化合物，在紫外区域有较强的吸收的物质时，会与信号有交叉干扰，因此将严重损坏被测介质的紫外吸收光谱。

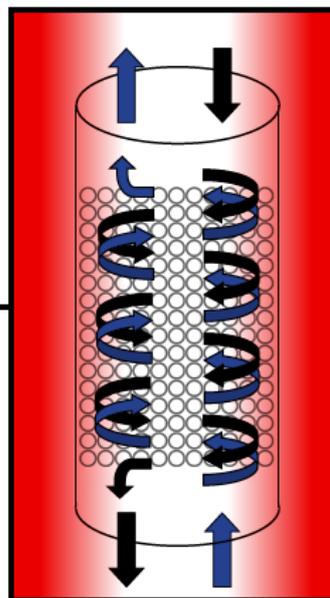
为了解决上述问题，根据**亨利定律开发了顶空技术**，可以使液体样品中的被分析的介质进入气相。这个定律表明在某一温度下溶解于溶液中的某种气体的数量与溶液上方的气体分压有直接的比例关系。也就是说，在某一恒定的条件下(温度，压力，载气流量以及流体样品流量，全部由系统进行控制)，顶空气体中的化合物的组成与不锈钢的液体样品中的组成具有一定的关系。

为了产生**可以代表被测介质的气相样品**用于光学测量，顶空系统使用温控柱，就象传统的蒸馏。当被测组分具有很高的挥发性(低沸点)，而有干扰的组分的挥发性很低(高沸点)时，这个设计非常有利。这样可以将柱温控制在某一个范围内，在这个范围内被测组分可以很好地挥发到顶空的气体中，而会对吸收产生干扰的化合物保护在液相中。

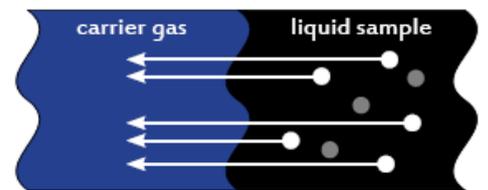
AAI 的顶空柱是 609.6mm 长，50.8mm 直径。不透明样品由顶端进入，而载气(通常是 N<sub>2</sub>)由底部引入。载气携带着由液体样品挥发产生的样品分子离开顶空柱，在流通池内进行光学测量。这个系统通过将进入流通池的相关物质(在某一调整后的温度下)气相中的浓度与加入到顶空系统的已知浓度的标准液体样品之间建立的关系来进行校准。



液体样品(出)                      载气(进)



红色带状代表将温度控制在感兴趣的样品的沸点(低)和有干扰作用的不透明的化合物的沸点(高)之间。我们要分析的化合物(白色)可以容易地进入到载气中，而不透明的，会给测量带来问题的化合物(灰色)大部分保护在溶液中。



∞=raschig 环用于将柱内表面积最大化，在这里液体和气体相互作用。与蒸馏类似，这些环可以使得传质更有效。

# APPLICATIONS

## 测量原油中的 H<sub>2</sub>S



人们希望得到含有低含量的硫组分的原油(“甜油”), 可以容易地处理成可用汽油。但实际正好相反, 酸性的原油中含有很多的 H<sub>2</sub>S, 因此需要经过处理, 而这一处理过程极为昂贵。利用在线 H<sub>2</sub>S 分析来确定需要对某一原油进行多大程度的处理, 根据其商用价值来对原油进行区分。

自然状态的原油包括芳香族化合物, 在紫外区域有很强的吸收, 对吸收光谱带来干扰, 使得测量变得复杂。重油颜色更深更稠, 不能透过光信号。顶空系统通过加热柱将 H<sub>2</sub>S 从不透明的样品中挥发出来, 通过载气使得 H<sub>2</sub>S 流过流通池。

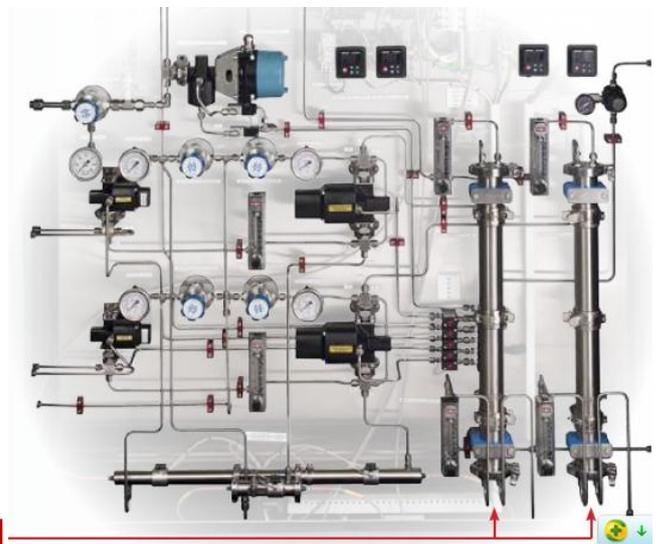
由于 H<sub>2</sub>S 的沸点比油中的其它组分的都低, 这种挥发性上的差异使得利用顶空处理技术来获得原油中的 H<sub>2</sub>S 特别有效。

单顶空柱

## 测量废水中的 H<sub>2</sub>S 和 NH<sub>3</sub>

来自石油精炼工艺的富含 H<sub>2</sub>S 和 NH<sub>3</sub> 的废水, 通常我们称之为“酸水”。通常将这些污染物进行汽提, 以避免形成二硫化氨(维护的恶梦), 同时控制 H<sub>2</sub>S 的污染。为了评价汽提过程的效率, 确定可以将处理过的水再引入系统, 通过需要对汽提蒸汽中的 H<sub>2</sub>S 和 NH<sub>3</sub> 进行监测。

双顶空系统, 使用两个独立的平行运行的柱, 对 H<sub>2</sub>S 和 NH<sub>3</sub> 进行汽提。将载气引入两个独立的流通池中, 每个都有其特定的光路, 控制与被分析物质相对应的温度。



两个顶空柱, 平行运行

流通池

在流通池里进行光学测量，  
来自顶空柱的载气穿过流通池(600mm 长，316L 不锈钢)

温度控制器

柱带加热器(3X)

顶空柱

来自不透明的液体样品有  
代表性的气相样品

外壳

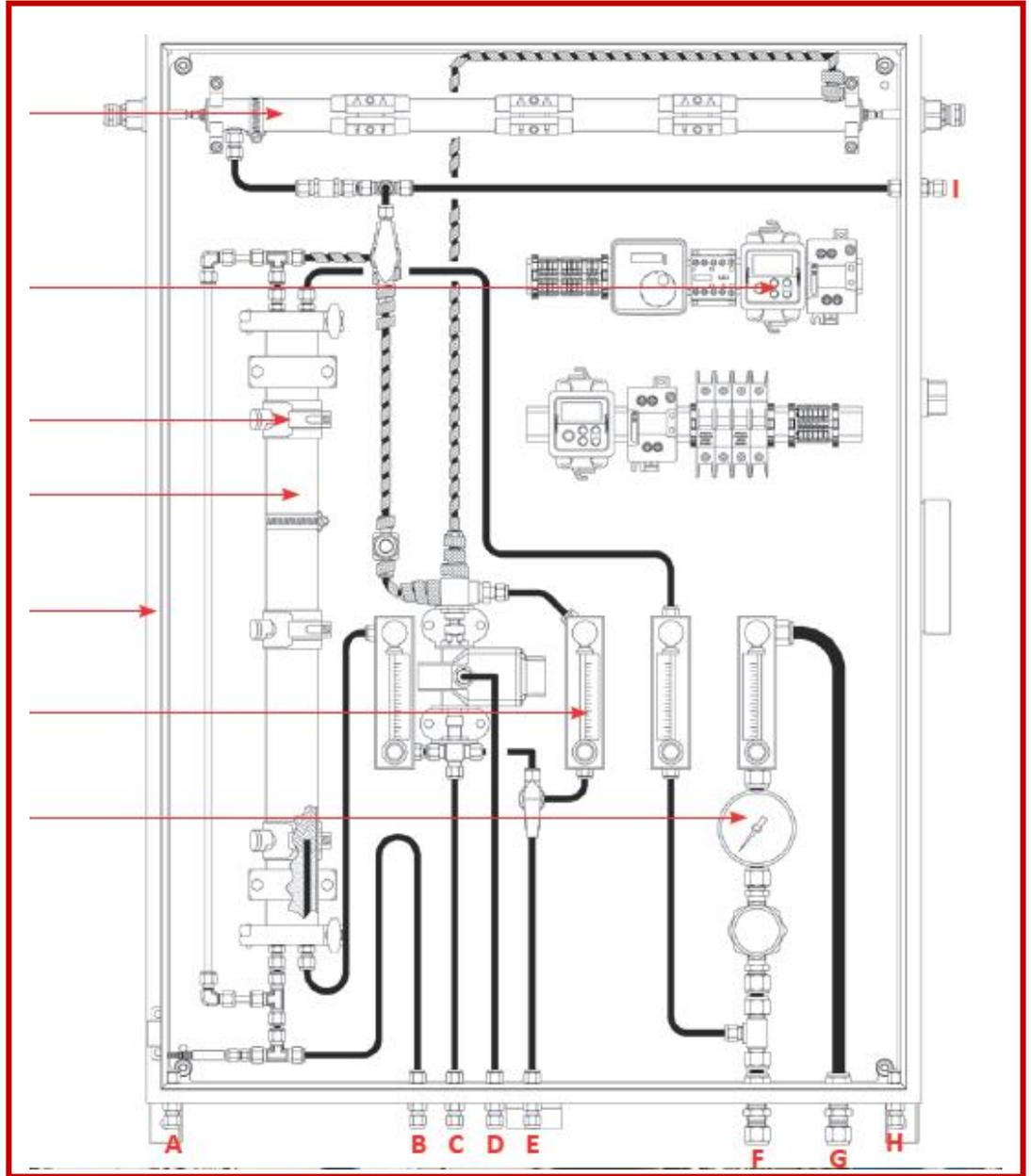
1066mm×762mm×254mm  
不锈钢，NEMA 4X

流量计(3X)

控制载气和液体样品的流量

压力表和压力调节阀

- A: 吹洗气进/出
- B: 水出
- C: 零点气
- D: 去阀的空气
- E: 量程气
- F: 过程样品进
- G: 过程样品返回
- H: 吹洗空气进/出
- I: 气出



### 南京远寰科技有限公司

南京市御道街 29 号南航科技园 E 楼 211

电话: 025 8489 6681,82,83      传真: 025 8489 6684

### 北京办

地 址 北京丰台区西四环南路 46 号国润商务大厦 A1702 室

电 话 010-83659810 83659657 传 真 010-83659657