

高纯氮气痕量杂质快速分析

前言：对于超高纯度氮气来说，微量的永久性气体和二氧化碳检测是必不可少的，因为这些成分会影响氮气的质量，从而影响氮气的价值。利用气相色谱法实现对分析物的完全分离后进行痕量组分定量分析，此外，脉冲放电氮电离化检测器(PDHID)对氮气不敏感，有利于其痕量杂质成分的检测。

采用一根色谱柱完全分离永久性气体和二氧化碳是不可能的。通常的解决方案是由两个分析通道组成，配置两根不同固定相填料的色谱柱。通过优化色谱柱的尺寸，可以将两个色谱柱合并为一个通道中。本应用采用两根色谱柱并联单通道配置方案检测氮气中痕量永久性气体和二氧化碳。

实验：采用 SCION 456-GC 配置由两个并联的色谱柱，用于永久性气体的快速分离检测。样品通过气体进样阀到达微型气体分流器再分别进入两个色谱柱。具体流路图见图 1。

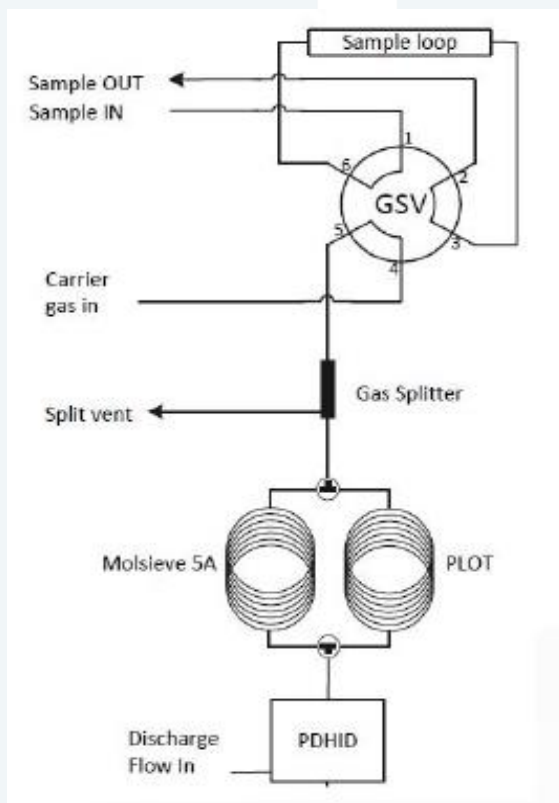


图 1 GC 流路图

天美(中国)科学仪器有限公司
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn

SCION- Molsieve 5A 色谱柱用于在空气峰从 SCION PLOT-Q 色谱柱洗脱之前分离氢、氧、氮、甲烷和一氧化碳。在空气峰之后，甲烷和二氧化碳从 PLOT Q 柱中洗脱。对色谱柱的选择，防止组分从两种色谱柱同时洗脱。表 1 列出了分析条件。

表 1 分析条件

分析条件	
进样口	气体样品阀，微型分流器，分流比 15:1
色谱柱	SCION- Molsieve 5A 10m x 0.32mm x 30um
	SCION-PLOT Q 30m x 0.32mm x 10um
柱温箱	60°C恒温
载气	氦气，99.99999%，12Psi
检测器	PDHID，120°C

结果：采用此配置方案可在 120 秒内完成永久性气体和二氧化碳杂质的分析，高惰性化分子筛色谱柱确保所有组分，尤其是一氧化碳获得尖锐对称的峰形，检出限(LDL)约为 50ppb，如图 2 所示。

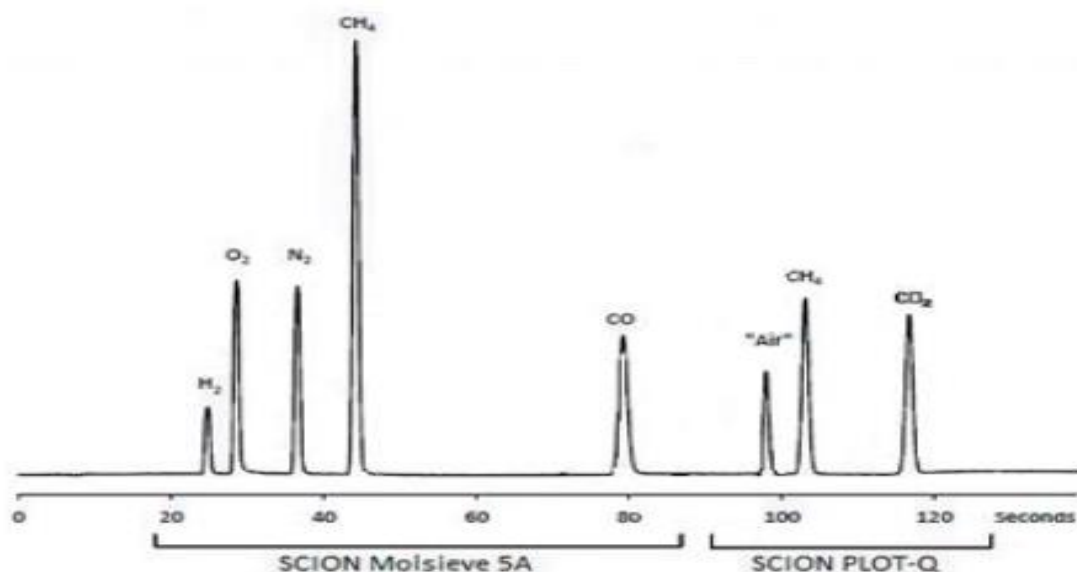


图 2 氦气中杂质色谱图 (2ppm)

通过分析甲烷在两个色谱柱的出峰情况对两个色谱柱的性能进行了验证。连续进样 20 次，其相对标准偏差都小于 1.0%。通过分析甲烷的重复性，验证了双柱的分析效果，各色谱柱中甲烷的重复性(Molsieve RSD 0.65%，PLOT Q RSD 0.72%)与总甲烷的重复性(RSD 0.66%)非常接近。图 3 显示了甲烷进入这两根色谱柱的百分比，进入分子筛色谱柱的甲烷含量为 67%，进入 PLOT Q 色谱柱甲烷含量为 33%。

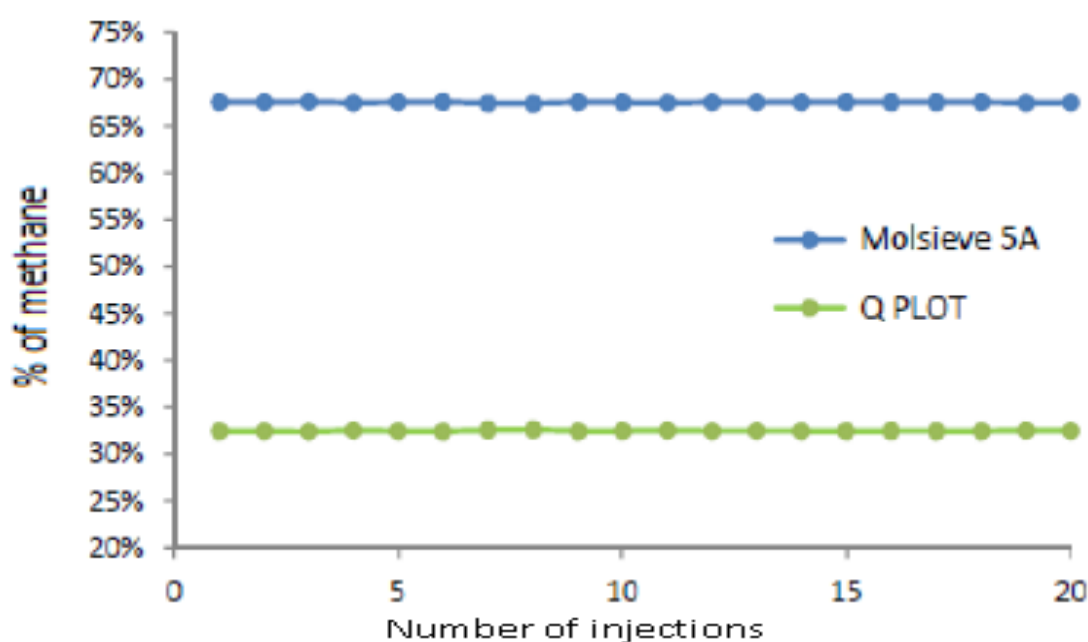


图 3 甲烷重复性 (n=20)

表 2 给出了连续进样 20 次所得氦气中痕量杂质 (2ppm) 的平均值、标准差和相对标准偏差(RSD%)。数据显示双柱并联系统获得了良好的重复性结果。

表 2 双柱并联系统重复性数据

Column	Analyte	Mean (ppm)	Std Dev	RSD%
Molsieve	H ₂	2.0	0.015	0.73
	O ₂	2.0	0.012	0.59
	N ₂	2.0	0.011	0.57
	CH ₄	2.0	0.013	0.65
	CO	2.0	0.007	0.34
Q PLOT	Air	2.0	0.007	0.67
	CH ₄	2.0	0.014	0.72
	CO ₂	2.0	0.010	0.48
	Sum med CH ₄ Area	340787	2266	0.66

结论： SCION 456-GC 采用 PDHID 检测器、双柱并联配置，可在 120 秒内完成痕量永久性气体和二氧化碳的分析，检出限(LOD)约为 50ppb。通过上述实验结果表明，该配置方案具有良好的重复性，可用于高纯氮气分析。