

# GC-BID 测定永久性气体含量

## GC-063

**摘要：**本文建立了使用岛津 GC-2010 Plus+BID 检测器测定永久性气体的方法。实验中通过单根色谱柱 RT-Msieve 5A 对永久性气体进行分离，利用通用型检测器 BID 进行检测，在标准曲线浓度范围内线性关系良好，相关系数  $r$  大于 0.998；峰面积重复性良好，RSD% 小于 5%。该方法可用于永久性气体的快速定量测定。

**关键词：**BID（介质阻挡放电等离子体检测器） 永久性气体

永久性气体是常温下不能液化的气体。主要包括  $H_2$ 、 $O_2$ 、 $N_2$ 、 $CH_4$  和  $CO$ ，这些组分是气体分析领域中常规的分析项目，如高炉煤气、水煤气、化工气、合成气、填埋气的检测分析中包含这些组分。了解这些组分，追踪浓度变化，对实际生产中有着重要的指导意义。目前常用的方法有二阀四柱双 TCD 检测器方法及一阀两柱单 TCD 检测器方法。

岛津公司最新推出的 BID 检测器，即介质阻挡放电

氦等离子体检测器（Barrier Discharge Ionization Detector）。利用高纯 He 气在绝缘介质上产生氦等离子体，放出高能光子能量 (17.7eV)，可以检测除 Ne 和载气 He 以外的所有化合物，是下一代通用型检测器，且具有比 TCD 和 FID 更高的灵敏度。

本文利用岛津 BID 检测器，建立了一种利用气体进样器直接进样测定永久性气体含量的方法，该方法操作简单，灵敏度高，检出限低，适用性强。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

GC+BID-2010 Plus

#### 1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：RT-Msieve 5A, 30 m × 0.53 mmID

柱温程序：60°C (10 min)\_20°C /min\_ 200°C (1 min)

进样口温度：120°C

载气控制方式：恒线速度 (55 cm/sec)

进样方式：分流

进样量：1 mL

载气：氦气

检测器温度：280 °C

放电气流量：50 mL/min

吹扫流量：10 mL/min

#### 1.3 样品前处理

样品无需进行处理，通过气体进样器定量环直接进样 1 mL 分析即可。

### 结果讨论

#### 2.1 标准谱图

由于标气中氩气峰与氧气峰较难分离，故使用两组标气，第一组为氩气做平衡气，第二组为氦气做平衡气， $H_2$ 、 $CH_4$ 、 $CO$  用第一组标气定量， $N_2$  用第二组标气定量，色谱图如下。

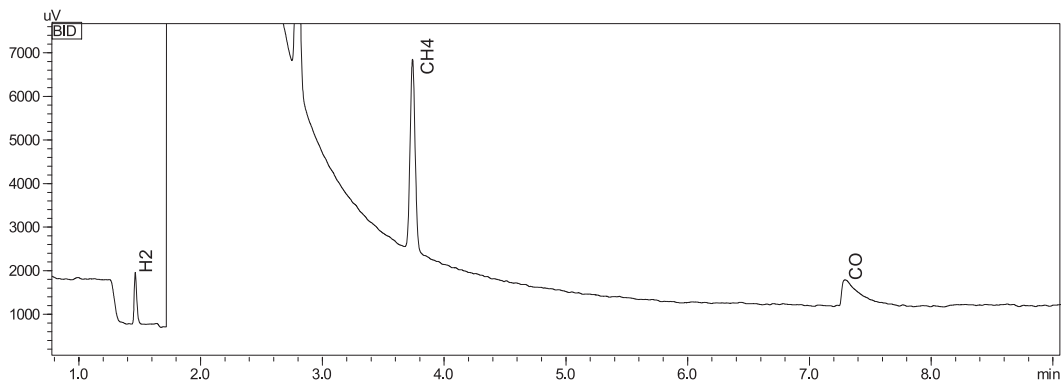


图1 标气1:氩气为平衡气

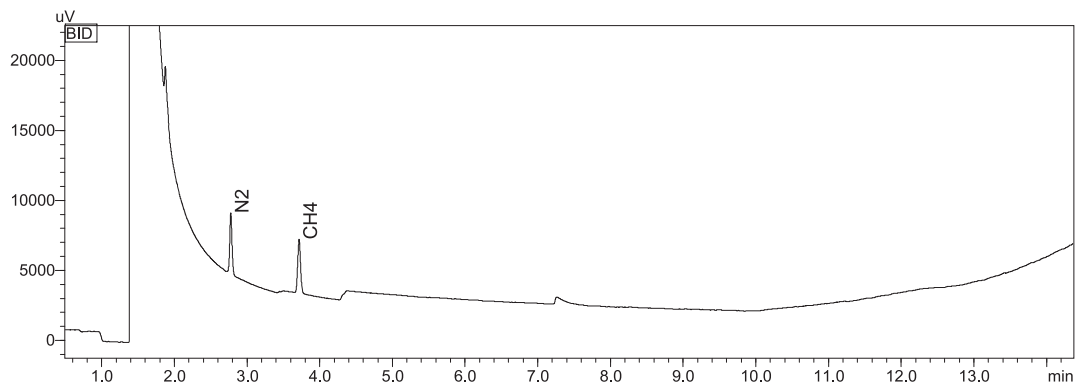


图2 标气2:氩气为平衡气

表1 各组分信息及保留时间

No.	名称	英文名称	CAS#	保留时间 (min)
1	氢气(H <sub>2</sub> )	Hydrogen	133-74-0	1.464
2	甲烷(CH <sub>4</sub> )	Methane	74-82-8	3.741
3	一氧化碳(CO)	Carbon monoxide	630-08-0	7.293
4	氮气(N <sub>2</sub> )	Nitrogen	7727-37-9	2.777

## 2.2 标准曲线及相关系数

标准曲线各点浓度见表2，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，见图3。以最低浓度响应值计算仪器检出限（3倍信噪比），结果如表3所示。

表2 标准曲线中各组分浓度(μg/mL)

No.	组分名	1	2	3	4	5
1	氢气	0.039	0.049	0.098	0.196	0.392
2	甲烷	0.041	0.052	0.104	0.208	0.416
3	一氧化碳	0.040	0.050	0.100	0.200	0.400
4	氮气	0.106	0.133	0.266	0.532	1.064

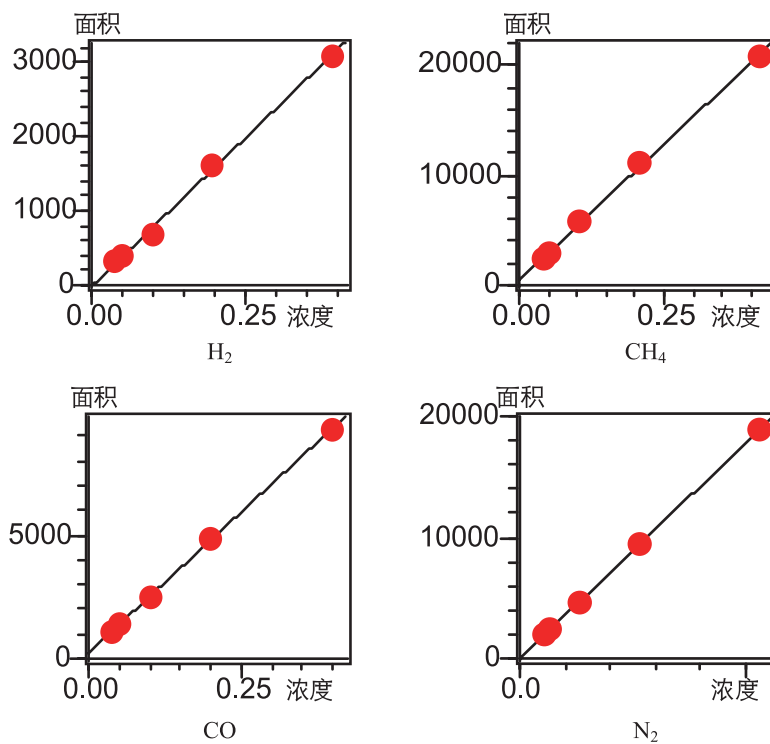


图3 标准曲线

表3 相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (µg/mL)
1	氢气	0.998	0.030
2	甲烷	0.999	0.008
3	一氧化碳	0.999	0.039
4	氮气	0.999	0.018

### 2.3 重复性

用同一浓度的标准气体，重复进样5次，面积重复性良好，RSD% 小于5%。详细结果见表4。

表4 峰面积重复性结果 (n=5)

No.	组分名	浓度(µg/mL)	1	2	3	4	5	平均值	RSD%
1	氢气	0.098	810	831	840	824	840	829	1.52
2	甲烷	0.104	5457	5394	5672	5290	5193	5401	3.37
3	一氧化碳	0.100	2188	2258	2159	2384	2266	2251	3.87
4	氮气	0.266	4886	4675	4454	4437	4334	4557.2	4.87

### 2.4 样品测定结果

将室内空气直接注入进样器进行分析，定量结果如下表5所示。

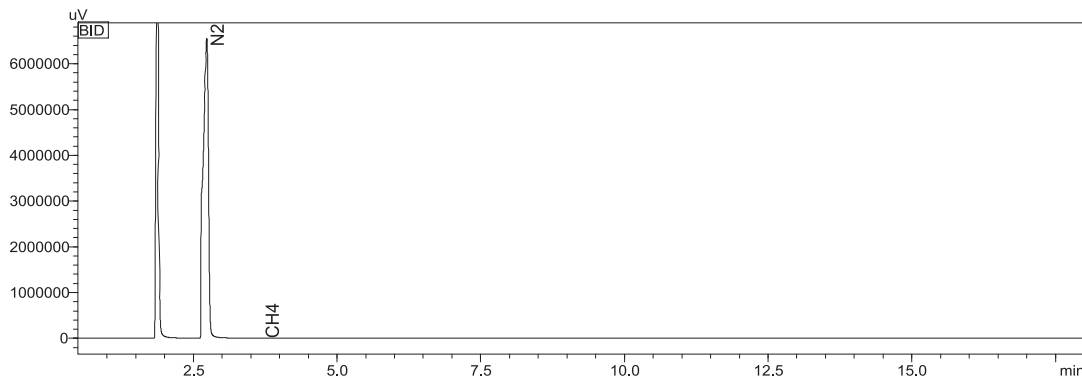


图4 实际样品测试谱图

表5 实际样品定量结果

No.	组分名称	定量结果 (µg/mL)
1	氢气	未检出
2	甲烷	3.9
3	一氧化碳	未检出
4	氮气	236453.9

## 结论

采用岛津 GC-2010 Plus+PID 检测器测定永久性气体含量，方法操作简单，无需进行前处理，方法检测灵敏度高，标准曲线线性良好，重复性好，完全满足日常的分析检测要求。