

气相色谱法分析燃料元件裂变气体中 Kr、Xe 含量

GC-190

摘要： 本文采用岛津 GC-2014 气相色谱仪结合阀技术建立了一种裂变气体的分析方法，通过优化分析参数和操作控制解决了空气尤其是其中的氮在测定过程中对氩的干扰，实现了氩、氙与其他干扰组分之间的有效分离。本方法灵敏度高，TCD 检测器分析 Kr、Xe 检出限低于 20 $\mu\text{L/L}$ ，使用阀进样，重复性好，各组分 RSD% < 0.5。

关键词： 气相色谱仪 裂变气体 阀进样

燃料在辐照过程中，会产生大量的裂变产物，裂变产物积累将引起燃料产生严重的辐射肿胀，影响燃料元件的使用性能，对反应堆的安全运行构成威胁。其中，裂变气体氩和氙裂变额大且为气态，对燃料的影响很大。准确测量燃料元件所释放出来的氩、氙气体含量，对确定氩 / 氙、裂化气体释放率以及燃料元件及能耗的关系非常重要。

早期的分离技术主要基于化学反应，即用 Cu、Mn 等与 O_2 、 N_2 发生氧化还原反应生成固体物质，未

反应气体就是惰性气体，现代分类技术主要有吸附分离、色谱分离、溶剂吸附法、膜分离技术、低温精馏等。气相色谱是气体分离的重要手段，国内外均已利用该技术已实现了氩、氙分离，但在分离过程中，空气中存在的氮气会干扰氩的出峰。

本文采用岛津 GC-2014 系统气相，建立了通过阀进样结合反吹技术，分析裂变气体中的氩、氙组分分析方法，通过调节色谱柱温度，探索氮气组分与氩的最佳分离条件，以尽可能降低氮气对氩的干扰。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2014 气相色谱仪，配热导检测器，装 Valco 公司自动十通阀，1 ml 定量环，Rt-Msieve 5A(30 m x 0.535 mm x 50 μm) 用于氩、氙与其他组分的分离，Porapak-N(3.2 x 2.1 mm x 1.0M) 用于反吹目标组分之后的其他组分，缩短分析时间。

1.2 标准品的制备

由大连大特气体有限公司提供的标气： O_2 2%， N_2 2%，Kr 0.5%，Xe 0.5%，He 平衡气。制作标准曲线。

1.3 样品分析

用专门的裂变气体释放和收集装置将元件内气体手机在玻璃采样器内。用玻璃针筒刺入玻璃采样器并抽取 20 mL 气体样品，通过阀箱外面进样口匀速注入后将阀打开完成进样。按照设置的分析条件分析。



玻璃针筒进样器



SYSTEM GC-2014

■ 结果与讨论

2.1 标气的色谱图

在载气流速为 15mL/min 条件下, 设定三个柱温 40°C、50°C、60°C, 考察不同柱温对氮气和氦两个组分分离度的影响, 结果表明: 柱温为 40°C、50°C、60°C 时, 氮气和氦的分离度分别为 2.16、2.12 和 1.95。可以看出, 在载气流速一定的情况下, 随着色谱柱温度的升高, 氮气和氦的分离度下降。因此本系统设置色谱柱温度为 40°C, 此时氮气和氦的分离度大于 2。40°C 柱温时标准气体的分析谱图如下:

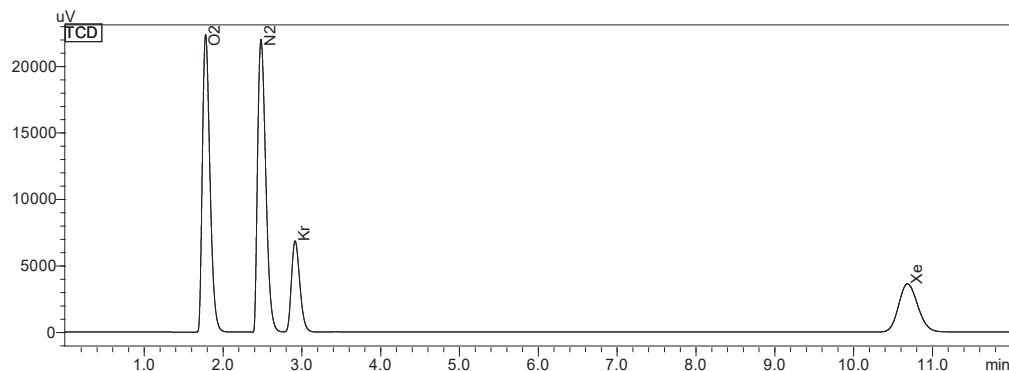


图 2 40°C, 15 mL/min 标准气体的色谱图

表 1 组分名称、保留时间及分离度

No.	中文名称	英文名称	CAS	保留时间 (min)
1	氧气	Oxygen	132259-10-0	1.769
2	氮气	Nitrogen	7727-37-9	2.327
3	氦气	Krypton	7439-90-9	2.736
4	氙气	Xenon	7440-63-3	8.893

2.2 重复性和检出限

按该色谱条件进样, 考察仪器的重复性。实验测定结果见表 2。根据标准品数据, 计算组分的检出限 ($S/N=3$) 和相对标准偏差 (RSD), 如表 2 所示。

表 2 气体组分的峰面积重复性 RSD% 及检出限

No.	名称	面积 RSD%	检出限 ($\mu\text{L/L}$)
1	氧气	0.350	7.35
2	氮气	0.335	7.48
3	氦气	0.378	5.90
4	氙气	0.328	11.39

■ 结论

本文采用岛津 GC-2014 系统气相, 建立通过阀进样结合反吹技术, 使用 Rt-Msieve 5A 色谱柱分析裂变气体中的氦气、氙气组分分析方法, 通过调节色谱柱温度, 探索氮气组分与氦气的最佳分离条件。实现了氦气、氙气与其他干扰组分之间的有效分离。本方法使用氦气做载气, 使用阀进样, 操作简单, 灵敏度高。

岛津应用云

