

气相色谱质谱法用于分析永久性气体

GCMS-180

摘要: 本文利用岛津公司 GCMS 气质联用仪, 结合气体进样阀 (P/N: 465-50019-82), 2 min 内完成永久性气体分析。该方法重现性好, 检出限低。

关键词: GCMS 气质联用仪永久性气体气体进样阀

随着现代科学技术的飞速发展, 新材料、新工艺层出不穷, 对于材料研制、生产所用的高纯气体也要求越来越严格。传统的检测其如 GC-FID, GC-TCD 很难满足痕量杂质、复杂组分的分析要求。质谱分析具有灵敏度高、用量少、分析速度快、分离和鉴定科同时进行等优点, 因此, 应用越来越广泛。

新设计的气体进样阀, 固定在 GC 仪器里面, 占用

空间少, 管路连接方便。定量环取样, 自动切换进样, 重复性好; 高灵敏度的 AFC 控制压力, 准确性高。

本文建立了气体进样阀 - 气相色谱质谱联用法分析永久性气体。该方法具有重现性好, RSD% 小于 1%, 检出限低, LOD 小于 50 ppb, 分析速度快, 定性准确等优点, 可以广泛应用于高纯气体分析、石油、化工、高校等行业。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪

1.2 分析条件

色谱柱: Rt-Q PLOT, 30 m × 0.53 mm × 20 μm

进样口温度: 100°C

分流进样, 分流比 5:1

柱温程序: 40°C (4 min)

恒压: 12 kPa

离子化方式: EI

离子源温度: 200°C

色谱 - 质谱接口温度: 280°C

溶剂延迟时间: 0 min

采集方式: SIM, 特征离子见表 1

结果讨论

2.1 流路图

采用六通阀自动进样, 分流进样口 (SPL) 分流, GCMS 进行检测分析, 如图 1 所示。

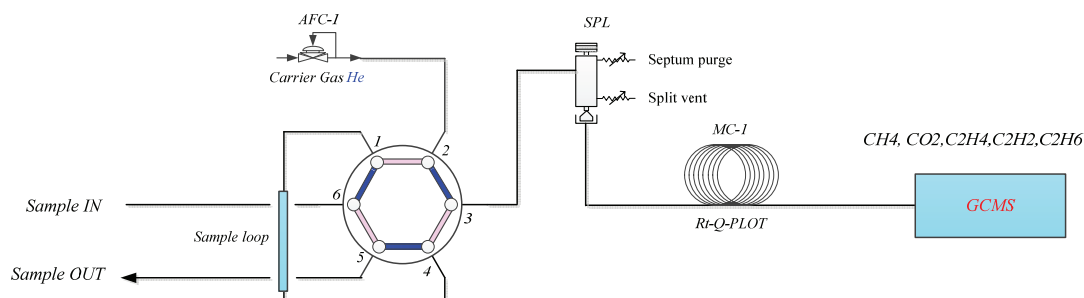


图1 流路图

2.2 色谱图

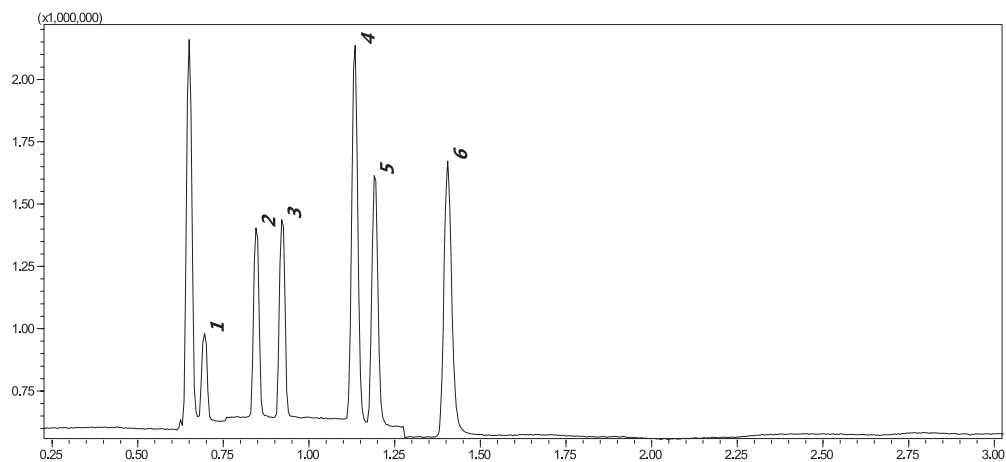


图2 永久性气体的TIC谱图

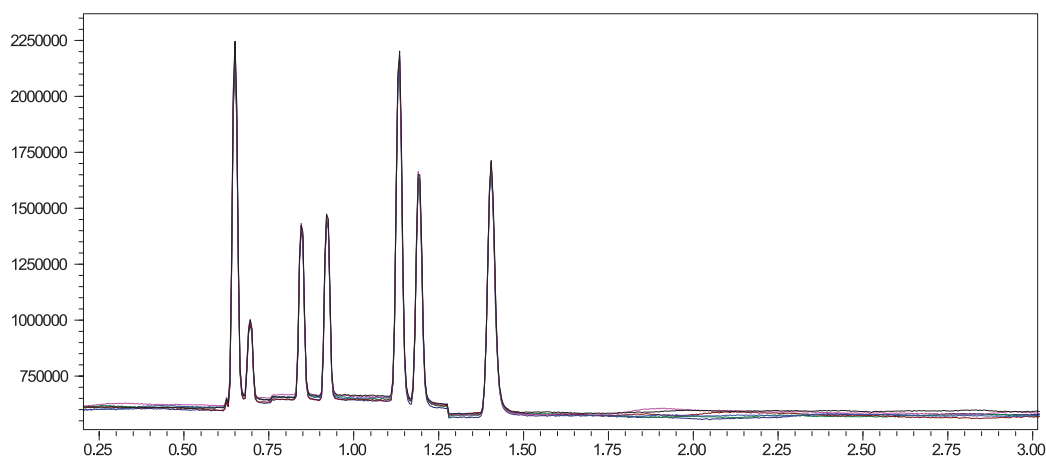


图3 永久性气体的比较图(n=6)

表1 组分名称、CAS号及保留时间

No.	化合物	保留时间(min)	浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)	CAS	定量离子(m/z)	定性离子(m/z)
1	CH ₄	0.695	5.15	74-82-8	16	15
2	CO ₂	0.85	5.34	124 - 38 - 9	44	28,43
3	N ₂ O	0.925	5.48	10024 - 97 - 2	44	30,28
4	C ₂ H ₄	1.14	5.25	74 - 85 - 1	28	26,27
5	C ₂ H ₂	1.2	5.06	74 - 86 - 2	26	25,24
6	C ₂ H ₆	1.41	4.91	74 - 84 - 0	28	27,26

2.3 检出限及重复性

使用标准永久性气，依据上述条件，分流比为 5:1，以 3 倍信噪比计算检出限，各组分检出限见下表；重复进样 6 次，面积重复性良好，RSD 小于 1%。

表2 永久性气体的面积重复性及最低检测限(BID)(n=6)

No.	化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%	LOD ppm
1	CH ₄	198677	201882	5199325	201308	200122	200026	200223	0.60	0.039
2	CO ₂	699952	696672	688130	694277	689544	685281	692309	0.80	0.022
3	N ₂ O	498916	496361	492458	495842	494588	488539	494451	0.72	0.032
4	C ₂ H ₄	759767	757000	750123	754777	751063	739085	751969	0.97	0.149
5	C ₂ H ₂	962141	954276	947542	948450	943403	937419	948872	0.90	0.005
6	C ₂ H ₆	1122597	1116845	1107074	1111032	1106658	1105115	1111554	0.62	0.12

■ 结论

采用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪, 结合气体进样阀, 可以快速地、有效的用于永久性气体的定性、定量分析, 并且具有灵敏度高、速度快、重复性好等特点, 可以广泛应用于高纯气体分析、石油、化工、高校等行业。