

使用高灵敏度微量水分测定系统分析氮中微量水分

高灵敏度微量水分测定系统是专门用于水分析的系统气相，其在 Nexis™ GC-2030 中配置了岛津独有的高灵敏度检测器 BID，并结合了离子液体色谱柱和专用的气体进样阀。由此，可以对气体中的微量水分进行 ppm 级的高精度测定。此次，我们使用高灵敏度的微量水分测定系统分析了标准气体中的低浓度水分。

R. Takechi, Y. Takemori



■ 高灵敏度微量水分测定系统

高灵敏度微量水分测定系统如图 1 所示。过去，使用气相色谱法针对水分进行高度灵敏的分析是极其困难的。主要原因有：一是没有选择性分离水的色谱柱，二是没有能够高灵敏度的检测水的检测器。但是，通过离子液体色谱柱和 BID 的结合，可以比卡尔费休滴定法等常规方法更准确地进行水成分的定量。

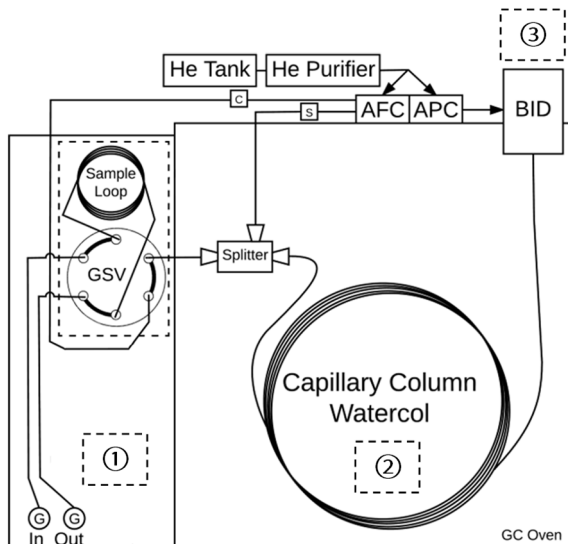


图 1 高灵敏度微量水分测定系统

高灵敏度微量水分测定系统

① 自动阀进样系统

由于使用注射器导入试样会受到大气中微量水分的影响，因此本系统使用专用的气体阀进样系统，而不是试样汽化室。通过自动阀进样，进样的重复性将进一步提升。

② 离子液体色谱柱 (Watercol™: Sigma-Aldrich 公司)

离子液体 (Ionic Liquid) 是仅由熔点低于约 100°C 的盐和离子组成的液体，当用作色谱柱的液相使用时具有以下特征。

- 较低的色谱柱渗透
- 较高的最高使用温度
- 相对于水分和氧的耐久性

该色谱柱系统可以测定以前认为不可能的低浓度的水分。特别是，在利用过去不伴有分离的常规水分测定技术时，夹杂物也作为水分被检测出来，但是本系统可以利用色谱分析仪这一优势通过分离实现高灵敏度且准确的定量。

③ BID (介质阻挡放电等离子体检测器)

这是一种结合光离子化法的支持高灵敏度分析的通用检测器，其中，光离子化法采用低频电介质阻挡放电等离子体。这是岛津制作所独有的新型通用检测器，可将除氮和氦以外的几乎所有化合物离子化，并且比 TCD 和 FID 等通用检测器具有更高的检测灵敏度。

■ 装置配置和分析条件

装置配置和分析条件如表 1 所示。本系统属于定制化的产品。

表 1 分析条件

GC Model	: Nexis GC-2030
Injection System	: 自动进样系统 (带 He 吹扫功能的阀门)
Injection Mode	: 分流 (Splitter INJ)
Injection Volume	: 1 mL (Sulfinert 系配管)
Carrier Gas	: He (氮气纯化器: HP2 连接)
Split Ratio	: 1: 20
Purge Flow	: 3 mL/min
Carrier Gas Control	: 线速度 40 cm/sec (色谱柱流量: 1.77 mL/min)
Column	: Watercol-1910 (0.25 mm I.D. × 30 m, d.f. = 0.20 μm)
Column Temp	: 120 °C
Detector	: BID-2030
Detector Temp	: 150 °C
Detector Gas	: He 50 mL/min

■标准气体 (N₂ 中的水分) 的分析

使用含有约 5 ppm、25 ppm 和 100 ppm 水分的氮标准气体, 创建了标准曲线。其色谱图如图 2 所示, 标准曲线如图 3 所示, 各水分浓度的面积值和重现性 (N=5) 如表 2 所示。可以完成以前利用气相色谱很难完成的 ppm 级的微量水分测定, 并且获得了良好的分离、线性以及重现性。通过离子液体色谱柱分离的水分峰比通常的色谱柱更尖锐, 并且可以消除拖尾现象。在本次的分析条件下, 通过在不伴有柱温箱冷却时间的条件下保持柱温箱恒温 (120°C), 可以缩短分析周期时间。(进行升温分析可能会形成更尖锐的峰形, 但分析周期会更长。)

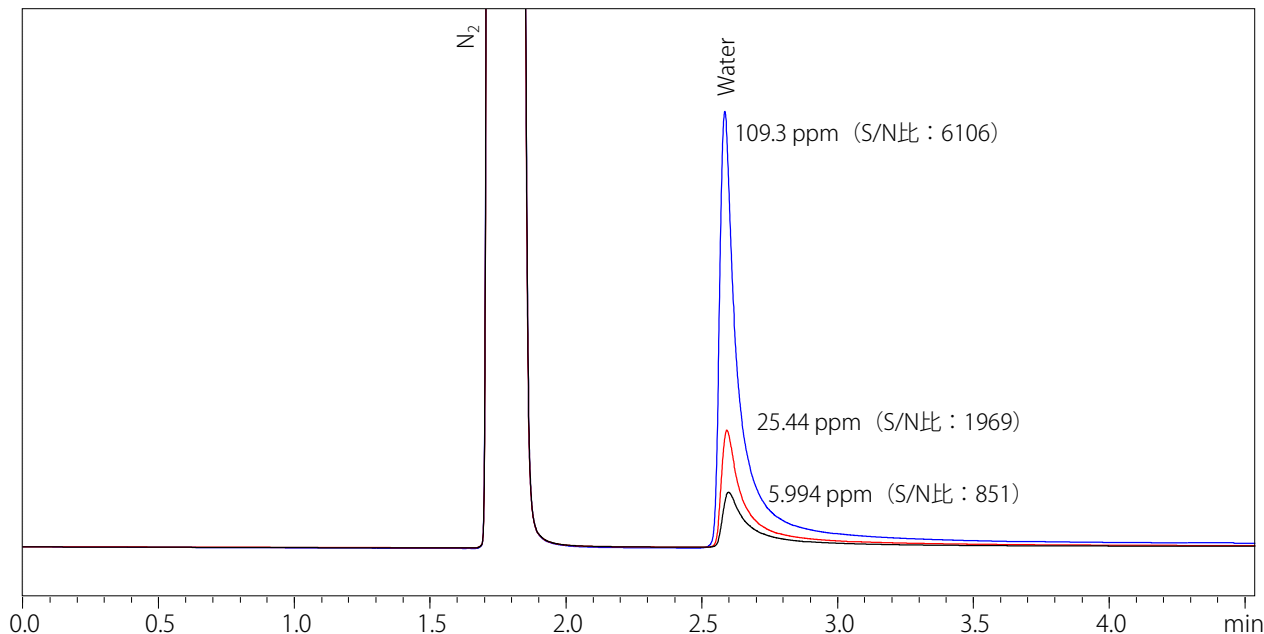


图 2 标准气体的色谱图

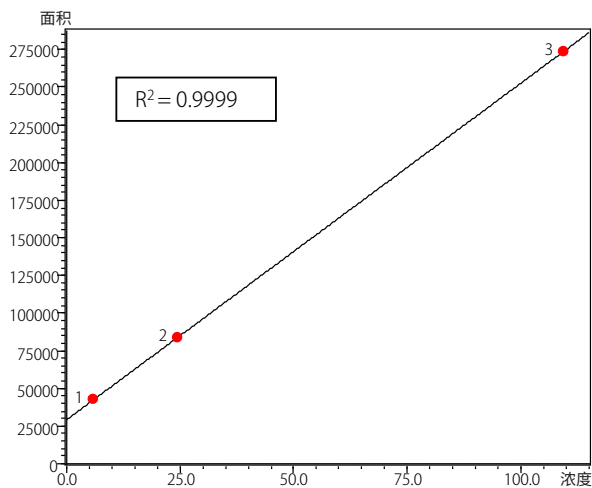


图 3 标准曲线

表 2 各水分浓度的面积值和重现性

	水分浓度 (ppm)		
	5.994	24.44	109.3
面积值 1	42431	85912	272693
面积值 2	43249	85077	274031
面积值 3	42832	83731	272912
面积值 4	42395	82438	274313
面积值 5	42373	82360	272680
面积平均值	42656	83904	273326
%RSD	0.894	1.881	0.287

岛津应用云



Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Watercol 是 Sigma-Aldrich Co LLC. 的商标。

其他, 本资料中记载的公司名称、产品名称、服务标记和徽标是各公司的商标和注册商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020 年 3 月