

# Application News

## No. G299

气相色谱法

### 高灵敏度微量水分测定系统分析实例 氟利昂气 / 高纯氮气中的水分含量测定

高灵敏度微量水分测定系统利用可测定微量水分的进样系统来导入样品从而防止水分的引入。除此之外,采用离子型液体毛细管柱来分离水与杂质成分,通过岛津独有的检测器—介质阻挡放电等离子体检测器(BID-2030),使高灵敏度检测微量水分成为可能。

氟利昂气和氮气被广泛用于化学领域和半导体领域,但气体中含有水分时会干扰其使用,故需开发能够简单且准确测定气体中水分含量的系统。水分计会受水分以外杂质的影响,进而难以完成测定,而高灵敏度微量水分测定系统能够弱化杂质成分的影响并可对气体中水分进行准确测定。

本文使用高灵敏度微量水分测定系统对标准气体(氟利昂气/高纯氮气)中含有的微量水分进行测定。

T. Murata

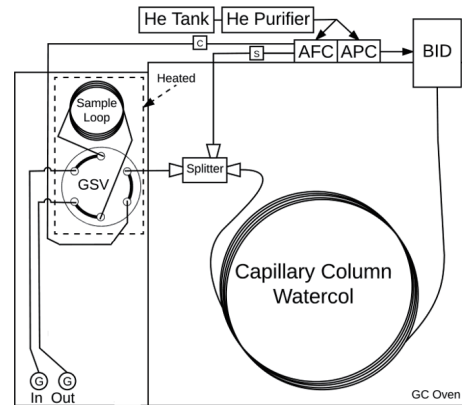


图 1 高灵敏度微量水分测定系统



#### ■ 高灵敏度微量水分测定系统

高灵敏度微量水分测定系统如图 1 所示, Nexis™ GC-2030 是有气体和液体采样阀的一套气相系统,同时搭载了介质阻挡放电等离子体检测器 BID-2030。

除此之外,通过使用适于水分分析的离子型液体毛细管柱,使目前较难实现的水分高灵敏度分析成为可能。

#### ■ 含有微量水分的标准气体分析

使用含有约 10 ppm 以及约 100 ppm 水分的氦气标准气体(高千穗商事),采用绝对校准曲线法绘制校准曲线。

分析条件如表 1 所示,标准气体的色谱图如图 2 所示。

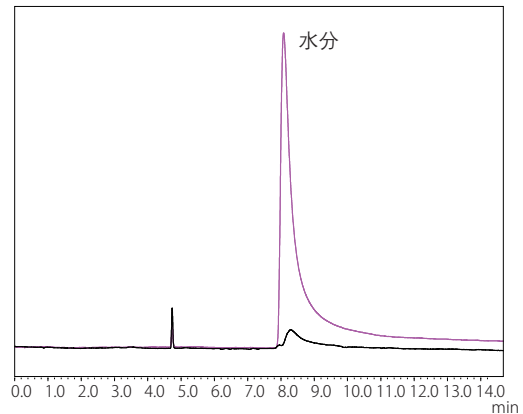


图 2 含有微量水分的氦气标准气体色谱图  
(黑线: 10 ppm、红线: 100 ppm)

表 1 分析条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: 介质阻挡放电等离子体检测器 BID-2030
Column	: Watercol™-1910 (0.25 mm I.D. x 60 m, d.f. = 0.20 μm)
Column Temperature	: 100 °C iso-thermal Total 15 min
Injection Mode	: Split 1 : 25 (Splitter INJ)
Carrier Gas Controller	: 柱流速 1.72 mL/min (He)
Linear Velocity	: 30 cm/sec
Detector Temperature	: 230 °C
BID Discharged Gas	: 50 mL/min (He)
Flow Rate	
Injection Volume	: 1 mL (MGS-2030 Sample Loop)

## ■ 氟利昂气 / 高纯度氮气中微量水分的高灵敏度测定

采用高灵敏度微量水分测定系统对氟利昂气  $\text{CF}_4$  和高纯度氮气  $\text{N}_2$  进行分析。与含有 10 ppm 水分的氮气标准气体分析结果比较如图 3 和图 4 所示。

采用绝对校准曲线法，根据从上述各超纯气体中检测出水分

的峰值，计算出气体中水分含量。  
通过使用高灵敏度微量水分测定系统，成功测定低于 5 ppm 气体中的微量水分。此外，根据上述结果，确定本系统进行水分测定的检测下限 ( $S/N=3$ ) 约为 0.8 ppm，本系统可高灵敏度地测定气体中的微量水分。

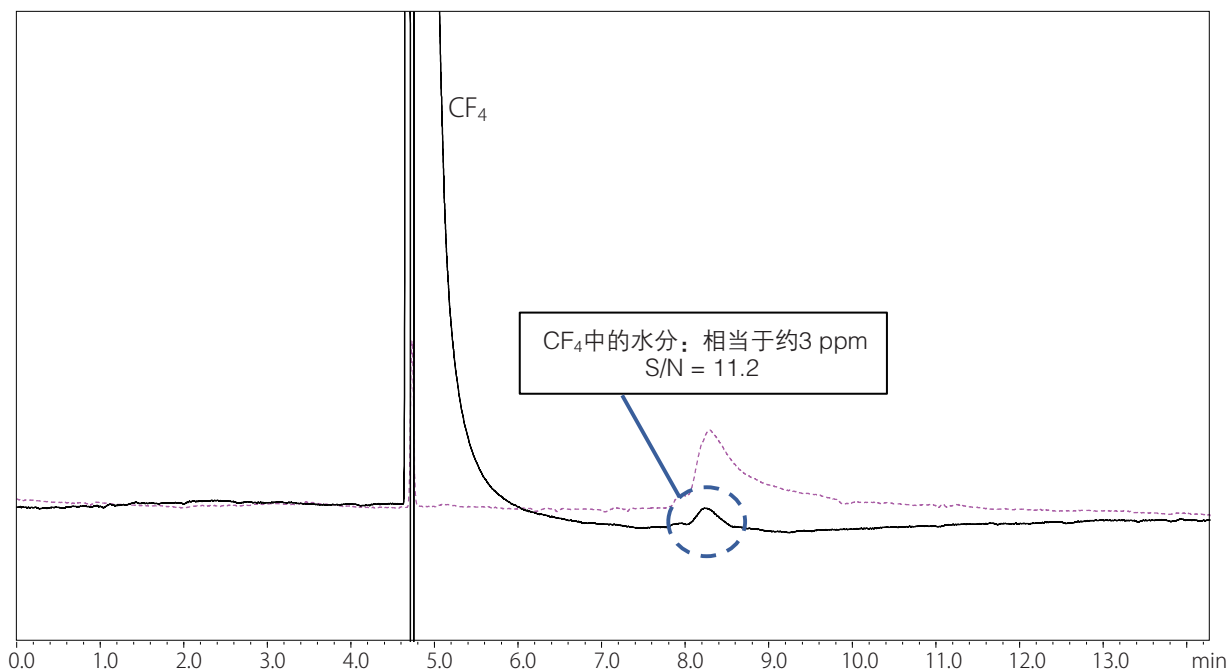


图 3 氟利昂气  $\text{CF}_4$  (实线) 与含有 10 ppm 水分的氮气标准气体 (虚线) 的色谱图比较

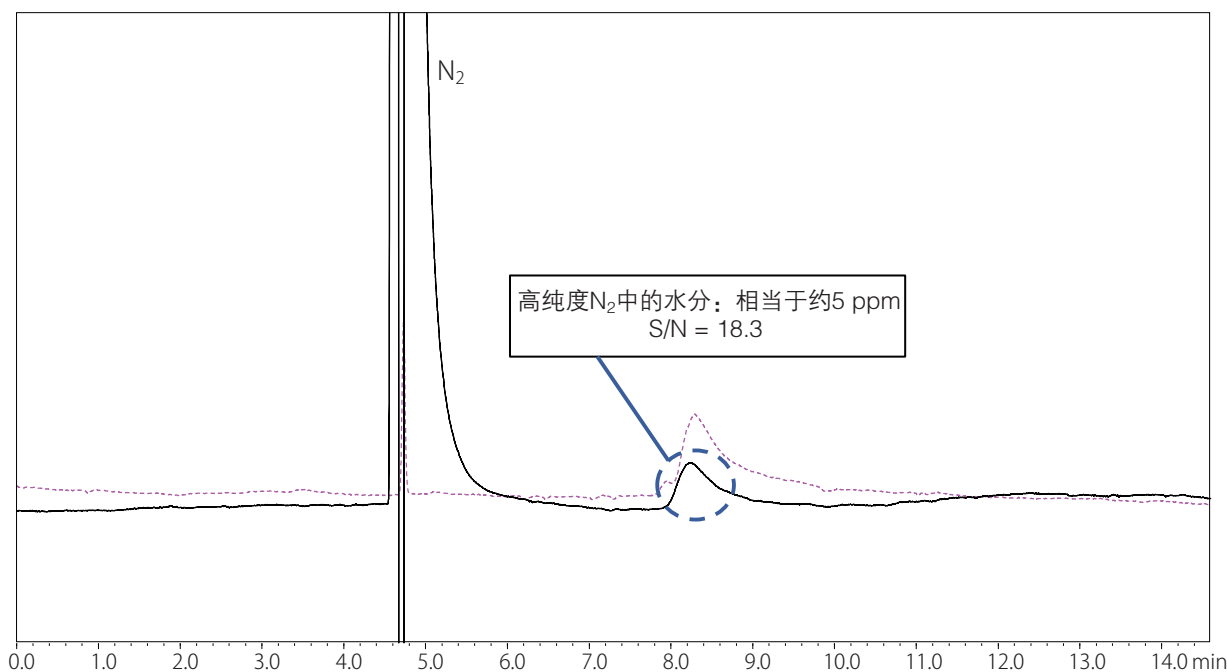


图 4 高纯度氮气  $\text{N}_2$  (实线) 与含有 10 ppm 水分的氮气标准气体 (虚线) 的色谱图比较

Nexis 是岛津制作所株式会社的商标。  
Watercol 是 Sigma-Aldrich Co. LLC 的商标。



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: 2018 年 1 月