

气相色谱法（热导检测器）用于氦氖氩氙和永久性气体分析

SYS-GC-036

摘要： 本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了分析常规永久性气体氢气、氧气、氩气、氦气、甲烷、稀有气体氦气、氖气、氩气、氙气以及氧化亚氮的分析方法。该方法采用了三个热导池检测器（TCD）、多阀多柱分离系统等配置，一次进样能分析 H_2 、 O_2 、Ar、 N_2 、 N_2O 、 CH_4 、He、Ne、Kr、Xe 等 10 种组分。该方法简便灵敏度高，能够在 13 分钟内即可实现上述所有组分含量的定性定量。

关键词： 气相色谱（GC） 稀有气体 热导池检测器（TCD）

技术特点：

- ❖ 首创 3 个热导池检测器（TCD）系统，实用新型专利 2026031600188110，一次进样实现包含稀有气体的十种组分分析。
- ❖ 数据结果准确可靠、各物质重复性均在 1% 以内、氩气检测限均小于 $10\ \mu\text{mol/mol}$ 。

永久性气体及低碳小分子气体（如 H_2 、 O_2 、 N_2 、 CH_4 、 N_2O 以及稀有气体 He、Ne、Ar、Kr、Xe 等）的精准分析，在电子半导体、石油化工、高纯气体制造等众多前沿领域具有至关重要的作用。然而，这类气体分子极性极弱、化学性质稳定且沸点极低，导致其在常规色谱柱上的保留行为差异微小。传统的分析方案往往依赖多次进样、多通道检测或复杂的样品前

处理，不仅耗时费力，且难以保证多组分同时分析的重现性与准确度。

本文采用岛津旗舰版 Nexis GC-2030 搭配三个热导池检测器，结合多阀柱系统，根据样品组成选择性，实现了永久性气体和氦氖氩氙等 10 种组分的分析。该系统进样方式简单高效，定量准确性高、重复性好。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030 热导池检测器（TCD）

1.2 测定原理

该系统由五阀九柱三检测器组成，包含三个流路。流路 1 由一个十通阀和一个切换六通阀组成用于氧气、氩气的分离检测。流路 2 含有一个十通阀用于甲烷、氦气、氩气的分析。流路 3 含有一个十通阀用于氢气、氦气、氖气、氮气的分析。

1.3 分析条件

1.3.1 气相色谱条件

色 谱 柱： P-Q, 80/100 mesh $3.2\ \text{m} \times 2.1\ \text{mm} \times 3.0\ \text{m}$, 2pc
MS-5A, 60/80 mesh $3.2 \times 2.1\ \text{mm} \times 2.0\ \text{m}$, 2pc
MS-13X, 60/80 mesh $3.2 \times 2.1\ \text{mm} \times 2.0\ \text{m}$, 2pc

O_2 /Ar 分析专用色谱柱

定 量 环： 1 mL 2 pc; 50 μL 1 pc

柱 温 条 件： 40°C (14 min)

载 气： H_2 , Ar

TCD2 温 度： 150°C

电 流： 100mA

极 性： -

TCD1 温度：150℃
电 流：100mA
极 性：+

TCD3 温度：150℃
电 流：60mA
极 性：+

附加温控

STOV：40℃

附加流量

APC1：355 Kpa

APC6：310 Kpa

APC2：355 Kpa

APC7：500 Kpa

APC3：200 Kpa

APC8：500 Kpa

APC4：250 Kpa

APC9：520 Kpa

APC5：310 Kpa

■ 结果与讨论

2.1 稀有气体组分分析

2.1.1 典型谱图

待测标准气体钢瓶与 Nexis GC-2030 主机进样口连接，后按 1.2 的原理和 1.3 的分析条件进样，完成 10 种组分的同时测定。典型谱图见图 1、图 2、图 3，组分信息如表 1 所示。

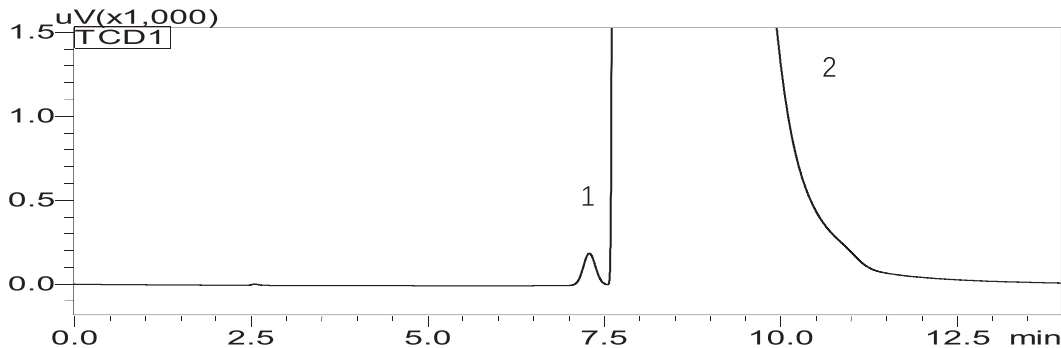


图 1 O₂/Ar 典型谱图 (TCD1 检测器)

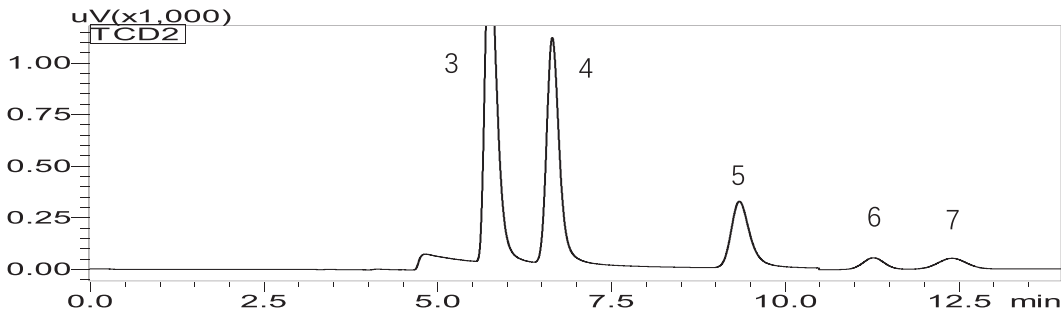


图 2 贫氮氩分析典型谱图 (TCD2 检测器)

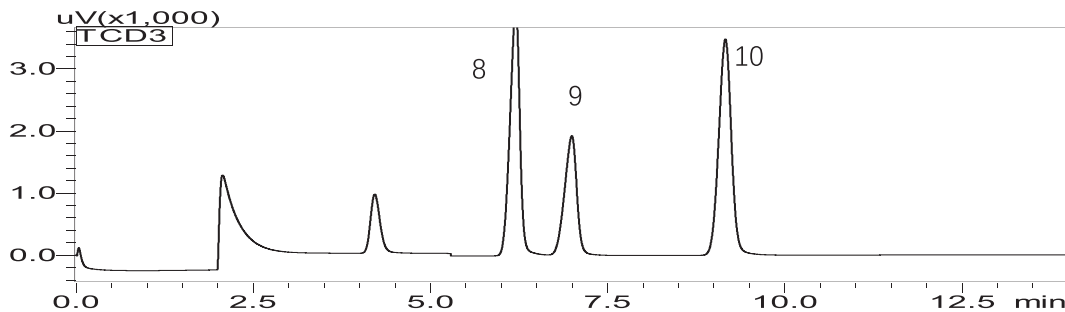


图3 粗氦氖分析典型谱图 (TCD3 检测器)

表1 测试气体化合物表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	检测器
1	氩气	Argon	7440-63-3	7.299	TCD1
2	氧气	Oxygen	7782-44-7	7.758	TCD1
3	氮气	Nitrogen	7727-37-9	5.762	TCD2
4	氪气	Krypton	7439-90-9	6.662	TCD2
5	甲烷	Methane	74-82-8	9.356	TCD2
6	氧化亚氮	Nitrous oxide	10024-97-2	11.277	TCD2
7	氙气	Xenon	7440-63-3	12.408	TCD2
8	氦气	Helium	7440-59-7	6.219	TCD3
9	氖气	Neon	7440-01-9	7.010	TCD3
10	氢气	Hydrogen	1333-74-0	9.177	TCD3

2.1.2 各组分气体分析重复性及检出限

将以下浓度的标准气体连续进样 6 次进行重复性测试，考察仪器的稳定性，测定结果见表 2。10 种组分连续 6 次分析峰面积重复性数值在 0.03%-0.85% 之间，并且检出限低于 150 $\mu\text{mol/mol}$ ，可满足对空分行业项目粗 Kr、Xe 分析、液氧安全气体分析。

表2 10 种组分峰面积重复性结果 (n=6, RSD%)

No.	化合物名称	保留时间 (min)	浓度 (%)	峰面积 RSD (%)	检出限 ($\mu\text{mol/mol}$)
1	氩气	7.299	0.104	0.49	5.66
2	氧气	7.758	99.4	0.03	28.92
3	氮气	5.762	0.966	0.43	4.51
4	氪气	6.662	0.52	0.51	3.47
5	甲烷	9.356	0.338	0.14	7.72
6	氧化亚氮	11.277	0.0501	0.85	6.95
7	氙气	12.408	0.048	0.74	7.71
8	氦气	6.219	14.97	0.10	42.40
9	氖气	7.010	25.03	0.11	149.08
10	氢气	9.177	9.92	0.40	32.57

■ 结论

本文采用岛津 Nexis GC-2030，与三个热导池检测器（TCD）搭配使用，能完成包含惰性气体粗氦氖、贫氦氙以及永久性气体样品中常量组分的分析检测，且各组分峰面积重复性 RSD 均小于 0.85% 且各检出限均小于 0.02%。综上此套系统除了可分析常规永久性气体外，在空分行业近期热点分析项目粗 Kr、Xe 分析、液氧安全气体分析结果准确可靠、值得信赖。

岛津应用云

