

GC-2050 搭载 GI-30 气体自动进样器用于永久性气体分析

SYS-GC-037

摘要： 本文利用岛津新型 GI-30 气体自动进样器搭配气相色谱仪 Brevis GC-2050，建立了分析永久性气体氧气 (O₂)、氩气 (Ar)、氮气 (N₂)、甲烷 (CH₄) 和一氧化碳 (CO) 的分析方法。该方法采用了 GI-30 气体自动进样器、SPI 进样口、SS-PLOT-MS5A、STCD-U 等配置，一次进样能分析上述五种组分。该方法操作简便，超高灵敏度新型单丝 TCD 可解决分析 5 ppm 以内的超低检出限要求。

关键词： 气相色谱 (GC) 永久性气体 热导池检测器 (STCD-U)

技术特点：

- ❖ 新型 Brevis GC-2050 联用新型 STCD-U，实现更稳定、更高效的组成检测。
- ❖ 超高灵敏度的热导检测器，实现微量永久性气体分析，方法检出限小于 5 μmol/mol。

在空分行业、煤化工、冶金及半导体制造等领域，混合气体中 O₂、Ar、N₂、CH₄、CO 的准确定量对工艺控制、安全生产及贸易结算至关重要。这五种气体均属于永久性气体或轻烃，化学性质稳定，缺乏紫外吸收或特征官能团，因此气相色谱 - 热导检测器

(GC-TCD) 是此类分析的首选方法。

本实验旨在建立一套高效、严谨的 GC-TCD 分析方案，重点解决氩气与氧气因物理性质极度相近而导致的共流出难题，为工业气体分析提供可靠的技术支撑。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Brevis GC-2050
单丝热导池检测器 (STCD-U)

1.2 测定原理

该系统由一阀一柱一检测器组成，一个流路。本方法属于气 - 固吸附色谱，电动六通阀仅做进样功能，含有 O₂、Ar、N₂、CH₄、CO 的混合气体中各组分在固定相（分子筛）表面的吸附能力差异进行分离。当载气携带样品通过色谱柱时，各组分在气相和固定相之间反复进行吸附 - 脱附分配。由于 N₂、CH₄、CO 的极性、极化率及分子直径与 O₂、Ar 存在微小差异，它们在分子筛孔道内的保留时间不同，从而实现依次分离。

1.3 分析条件

1.3.1 气相色谱条件

色 谱 柱	: SS-PLOT-MS 5A, 50 m×0.53 mm×50 μm	载 气	: He
定 量 环	: 1 mL	TCD1 温 度	: 150°C
SPI 进 样 口		灯丝控制模式	: 标准
温 度	: 150°C	极 性	: +
控 制 模 式	: 色谱柱流量	尾 吹 气	: 氮气
色 谱 柱 流 量	: 6.0 mL/min	尾 吹 气 流 量	: 2.0 mL/min
分 流 比	: 2:1	参 比 气 流 量	: 50.0 mL/min
柱 温 条 件	: 35°C (7 min)_10°C /min_ 120°C (5 min)		

■ 结果与讨论

2.1 永久性气体组分分析

2.1.1 典型谱图

待测标准样品钢瓶与 Brevis GC-2050 主机进样口连接，后进样分析。按 1.2 的原理和 1.3 的分析条件两次进样标气，完成 5 种组分的同时测定。典型谱图见图 1，组分信息如表 1 所示。

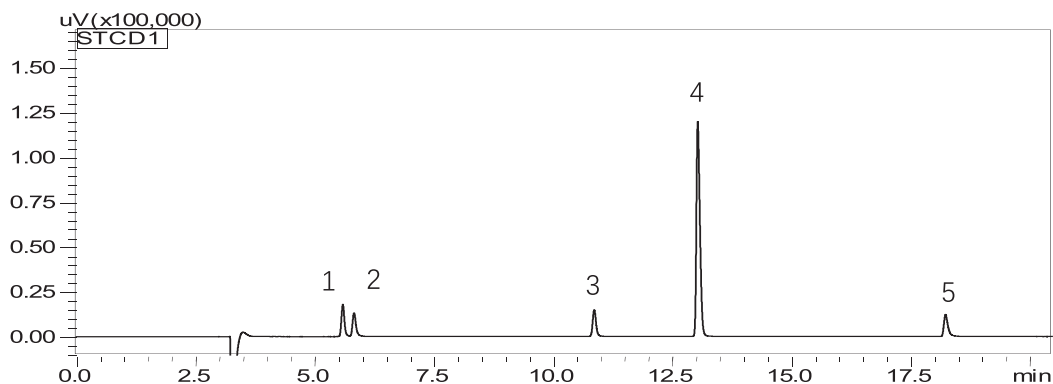


图 1 标准气体典型谱图 (TCD 检测器)

表 1 永久性气体化合物表

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	5.594	TCD
2	氧气	Oxygen	7782-44-7	5.829	TCD
3	氮气	Nitrogen	7727-37-9	10.867	TCD
4	甲烷	Methane	74-82-8	13.037	TCD
5	一氧化碳	carbon monoxide	630-08-0	18.235	TCD

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。5 种组分连续 6 次分析峰面积重复性数值在 0.13%-0.32% 之间，并且检出限均低于 5 $\mu\text{mol/mol}$ 。

表 2 5 种组分峰面积重复性结果 (n=6, RSD%)

No.	化合物名称	浓度 (%)	保留时间 (min)	峰面积 RSD (%)	检出限 ($\mu\text{mol/mol}$)
1	氩气	0.102	5.594	0.14	3.27
2	氧气	0.101	5.829	0.31	4.40
3	氮气	0.100	10.867	0.32	3.86
4	甲烷	1.010	13.037	0.18	4.82
5	一氧化碳	0.100	18.235	0.13	4.68

■ 结论

本文建立了一种使用气相色谱仪搭载热导池检测器（GC-TCD），一次性快速分析混合气体中氧气（O₂）、氩气（Ar）、氮气（N₂）、甲烷（CH₄）和一氧化碳（CO）含量的方法。针对 Ar 与 O₂ 沸点及动力学直径极近、难以分离的分析难点，本方法通过优化毛细管色谱柱固定相（SS-PLOT-MS5A）及柱温条件，实现了五种组分的良好基线分离。采用高纯氦气（He）作为载气，六通阀定量环进样，外标法进行定量。该方法操作简便、重现性好、准确度高，适用于空分气体、工业保护气、合成气及煤气化等领域的常规与微量气体分析。

岛津应用云

