

气体纯化器在高纯气体检验中的运用

The Use of Gaspurifier Athigh Purity Gases

宋栋梁

(江苏省计量科学研究院, 江苏 南京 210007)

摘要: 文中讲述了用 DID 微量气体分析系统, 检验气体纯化器的纯化效果的试验过程, 以图表的形式直观的描述了各种影响因素对纯化结果的影响。大家都知道气相色谱仪所用载气纯度越高, 它的检测浓度就越低, 用来检测高纯气体的水平就越高, 所以微量气体分析系统往往需要用 6N 的载气, 在国内较难买到瓶装气, 而进口又相当昂贵。经介绍先普半导体技术(上海)有限公司生产的一款稀有气体纯化器可以很容易地把 5N 高纯气通过纯化, 得到 6N 超纯气体, 从而提高我们的色谱检验水平; 同时作为辅助纯化器, 有效地保证仪器内部纯化器的安全和寿命。

关键词: 纯化器; 气相色谱仪; 检验; 纯化效果; 影响

1 气体纯化器简介

型号: GCPURE 编号: NAH00235

应用范围: 纯化小流量的稀有气体的中的氮, 氧, 氢, 甲烷, 一氧化碳, 二氧化碳及水分等杂质, 但不能纯化高纯氮和高纯氧, 为气相色谱仪提供载气, 为高精度的气体分析仪器提供吹扫气体和零点气体。

2 试验过程

2.1 检验所用设备情况

(1) 微量气体分析系统

型号: GOW- MAC100

检测器: 放电离子化检测器(DID)

电流: 6.2mA

检测器温度: 130℃

载气: He, ≥99.9999%(经纯化)

流量: 40ml/min。

(2) 气体样品

瓶号: L61903073

包装: 8L 铝瓶

表1 气体样品组成

组分	H ₂	N ₂	O ₂	CH ₄	CO	CO ₂	He
含量(×10 ⁻⁶)	10.3	11.9	10.4	9.80	9.96	9.87	底气

2.2 检测方法

(1) 检验前的准备工作

新的纯化器准备的永久连接, 连续吹洗 24 小时以后再测量, 这时的噪音只有 10μV。气体样品流量为 100ml/min。载气用上述进口高纯氮, 在保持色谱工作条件不变的情况下, 对比串入纯化器前后的检测数据。

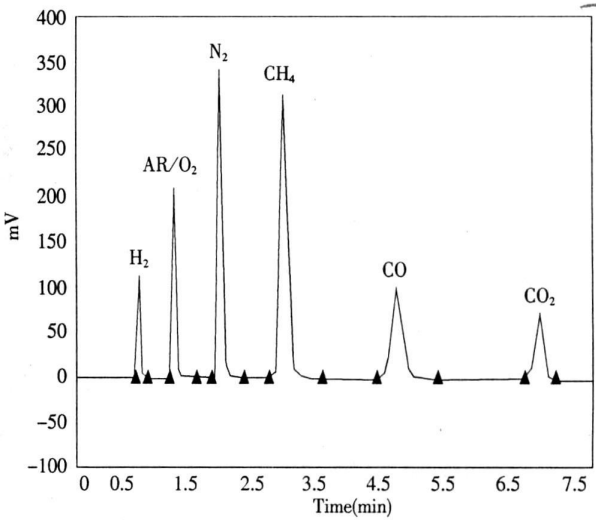
(2) 样品纯化前的检验谱图

把气体样品直接接到色谱仪进样口, 由于杂质含量相对较高, 经 1~2 次吹洗进样, 见图 1。

(3) 样品接纯化器加热后的谱图(图 2)

把气体标物接到纯化器进口, 由纯化器出口接到色谱仪进样口, 对纯化器进行加热, 这次杂质组分含量纯

化器所吸附, 色谱检验出的含量已经在 0.1×10^{-6} 以下了, 经多次吹洗, 反复进样, 各杂质出峰情况才趋于稳定。



	Name	Ret Time (min)	Height (mv)	Area (mvs)	%Total Area	Conc	Units
1	H ₂	0.99	113.33	270.98	3.47	7.61	ppm
2	AR/O ₂	1.53	212.24	737.22	9.43	6.43	ppm
3	N ₂	2.24	342.70	1837.39	23.51	10.70	ppm
4	CH ₄	3.23	314.45	2866.69	36.67	5.45	ppm
5	CO	5.00	100.98	1377.84	17.63	5.80	ppm
6	CO ₂	7.19	74.89	726.81	9.30	6.10	ppm

图1 样品纯化前的检验谱图

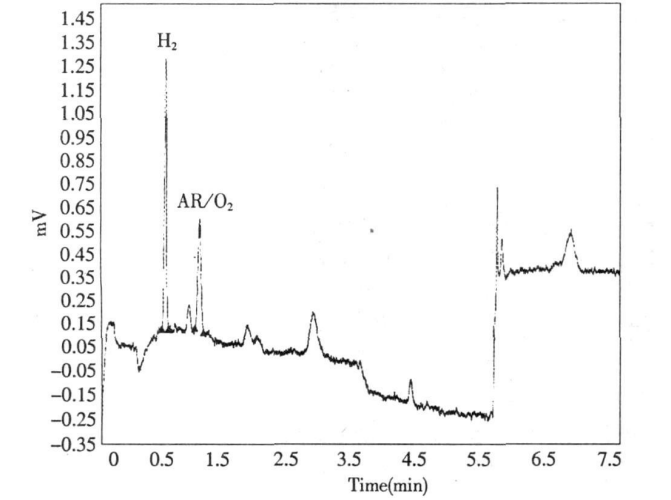
从图 2 看, 根本找不到一点点有峰的痕迹。仪器噪音在 0.01mV 的水平, 氮气灵敏度大约是 $34\text{mV}/\times 10^{-6}$, 可以计算其检出限低于 0.5×10^{-9} !

纯化后的氧浓度为 14×10^{-9} ; 氮的峰高为 0.09mV, 相当于 3×10^{-9} ; 甲烷的峰高为 0.18mV, 相当于 3.2×10^{-9} ; 一氧化碳没出峰, 4.5 分的峰应该不是一氧化碳; 二氧化碳的峰高为 0.14mV, 相当于 12×10^{-9} 。氢的纯化效果较差一些, 达到 70×10^{-9} , 与期望值尚有差距。

(4) 接入纯化器不加热的情况

在接入纯化器不加热时, 我们发现去除氢、氧、一氧

化碳和二氧化碳等成分的效果较好,尤其是氢和二氧化碳的比加热时纯化得更好;但对杂质氮和甲烷,由于催化剂未活化,纯化效果不明显。



	Name	Ret Time (min)	Height (mv)	Area (mvs)	% Total Area	Conc	Units
1	H ₂	1.00	1.13	2.47	60.16	0.07	ppm
2	AR/O ₂	1.51	0.48	1.64	39.84	0.01	ppm
3	CH ₄	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	ppm
4	CO	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	ppm
5	CO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	ppm
6	N ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	ppm

图2 样品经纯化器加热后的谱图

2.3 重复性试验

用以上气体标物,经纯化器纯化后进样,对杂质氧(氩)峰进行观察。经纯化的氧的含量在 15×10^{-9} 左右,空气中纯在的大量氧气对检验有一定的影响,反复吹洗后,数据逐渐平行了,取连续 6 次的检验结果,计算保留时间和测量峰面积的相对标准偏差。

表2 重复性检测数据

次数	1	2	3	4	5	6	相对标准偏差
保留时间 (s)	1.51	1.51	1.50	1.50	1.51	1.50	0.36%
测量值 ($\times 10^{-9}$)	15.3	14.3	14.7	14.1	15.1	14.5	3.2%

由表可见,经纯化后的气体,杂质含量虽然很低($\times$

10^{-9}),但较好的表现了一致性,说明纯化器的效果是可靠的。

3 讨论

3.1 接头及管路的影响

原来按照超纯气要求,配置的 1/4VCR 接头。焊接工艺可能没控制得太好,口径大了,出现了微量的渗透。使用闭压检查,都没查出问题来。后来换成工艺较成熟的 1/8VCR 接头,则解决了渗漏问题。

在更换管路的过程中,特别是连接不很可靠的情况下,少量的空气泄漏,管路本身的吸附解吸等会造成一定的本底。

3.2 流量的影响

因纯化器的规定流量范围在 (0~ 1) L/ min,我们选取 0.1,0.2(设计流量)及 1.0L/ min 进行实验,数据如下:

表3 流量数据

流量(L/ min)	H ₂ ($\times 10^{-6}$)	O ₂ ($\times 10^{-6}$)	N ₂ ($\times 10^{-6}$)
1.0	0.0	0.03	0.02
0.2	0.0	0.03	0.02
0.1	0.0	0.03	0.03

可见,在整个流量范围内,都得到了好纯化效果,而在设计流量 0.2L/ min 时,效果更佳。

4 结束语

虽然我们在对纯化器的评价上作了一些工作,但对它的研究评价工作远远没有结束。对纯化器的总杂质净化能力测评以及个体间的差异的评估,是我们下一步的工作。

纯化器提高了我们检验能力,DID 气相色谱仪的检测水平达到 $\times 10^{-9}$ 级,同时,也带动了微量气体标准物质的研制水平,虽然原来在工艺上,也能配制出 10×10^{-6} 级的标气,但由于检验方式不过关,给出的不确定度较大。现在用精密容量/称量法配制的标准气,再经 DID 气相色谱仪检验,定值的可靠性的大大提高了,标气中杂质组分在 $(1 \sim 10) \times 10^{-6}$ 的定值误差可以在 $\pm 0.1 \times 10^{-6}$ 的范围之内。

作者简介:宋栋梁,男,工程师。工作单位:江苏省计量科学研究院化学所。
通讯地址:210007 南京市光华东街3号。

收稿时间:2010- 08- 04

(上接第 48 页)

参考文献

[1] 白云同,吕晓德.电磁兼容设计[M].北京:北京邮电大学出版社,2001.
[2] 成志东.高速数字系统印刷电路板电磁兼容设计.长江大学学报,2009.
[3] 周琴.数字电子系统抗干扰分析与设计.硕士学位论文,2009.
[4] 刘鹏程.电磁兼容原理及技术.北京:高等教育出版社.
[5] 王晓,姚民.控制系统的电磁兼容设计.导弹与控制学报.

[6] 姜雪松,王鹰.电磁兼容与 PCB 设计.北京:机械工业出版社,2008.
[7] 张厚.电磁兼容原理.西安:西北工业大学出版社,2009.
[8] 田广钺,范如东.高速电路 PCB 设计与 EMC 技术分析.北京:电子工业出版社,2008.

作者简介:王艳春,女,研究生。工作单位:中北大学电子测试技术国家重点实验室仪器科学与动态测试教育部重点实验室。通讯地址:030051 山西省太原市中北大学 458 信箱。

祖静,崔春生,中北大学(太原 030051)。

收稿时间:2010- 07- 28