

SJ

中华人民共和国电子工业部部标准

SJ2798~2807-87

电子级气体中颗粒和痕量 杂质测定方法

1987-05-18发布

1988-01-01实施

中华人民共和国电子工业部 批准

目 录

SJ 2798—87	电子级气体中颗粒的测定方法…………… (1)
	光散射法
SJ 2799—87	电子级气体中痕量水份的测定方法…………… (7)
	目视露点法
SJ 2800—87	电子级气体中痕量甲烷的测定方法…………… (17)
	氢焰色谱法
SJ 2801—87	电子级气体中痕量一氧化碳的测定方法…………… (21)
	预切割氢焰转化色谱法
SJ 2802—87	电子级气体中痕量二氧化碳的测定方法…………… (27)
	氢焰转化色谱法
SJ 2803—87	电子级氧中痕量二氧化碳的测定方法…………… (33)
	预切割氢焰转化色谱法
SJ 2804.1—87	电子级氩中氮的测定方法…………… (37)
	变温浓缩色谱法 (一)
SJ 2804.2—87	电子级氩中痕量氮的测定方法…………… (41)
	变温浓缩色谱法 (二)
SJ 2805—87	电子级氩中氧+氩、氮的测定方法…………… (47)
	变温浓缩色谱法
SJ 2806—87	电子级氩中痕量氧和氮的测定方法…………… (51)
	变温浓缩色谱法
SJ 2807—87	电子级气体中痕量氢的测定方法…………… (55)
	气敏色谱法

变温浓缩色谱法(二)

本方法适用于电子级氩中痕量氮测定,应用此法可同时测定其中甲烷、一氧化碳和二氧化碳含量。测定范围为0.5~50ppm。

1 方法原理

1.1 本方法为变温浓缩色谱法。载气携带样品经过色谱柱使各组份分离,然后进入热导检测器。

1.2 热导检测器系利用载气中混入其它组份热导率发生变化的原理制成的。当样品与载气一起进入热导池时,由于二者热导率不同,热敏元件温度改变,使其阻值随之变化,由惠斯登电桥测量输出信号。

1.3 本方法为提高灵敏度,采用了浓缩技术,即在低温条件下,使杂质富集在浓缩剂上以提高进样量,温度在 -80°C 左右分子筛对氮气有较大的吸附能力,但也吸附了大量氩气,为避免氩色谱峰将氮色谱峰掩盖,进样前先用超纯氩吹扫浓缩管中大量氩气,使氩氮峰得分离。

1.4 色谱分析可用氩气作载气,用超纯氢作载气灵敏高,但需在进样前吹扫浓缩管中氩气。

2 仪器和材料

2.1 气相色谱仪

- a. 热导检测器;
- b. 色谱柱:不锈钢管内径为4mm长2~3m;
- c. 色谱柱填料:5A分子筛,40~60目;
- d. 记录仪或微处理机:0~1mV。

2.2 载气:氢气来源自超纯氢发生器,纯度99.9999%杂质 $\text{N}_2 < 0.01\text{ppm}$ 。

2.3 四通活塞浓缩管:可用玻璃或金属取样器,要求活塞气密性好,进出口端用磨口或硬接与气路相连。

2.4 湿式气体流量计。

2.5 冷源:干冰+酒精。

3 流程方框图和测试条件

3.1 流程方框图 见图1。

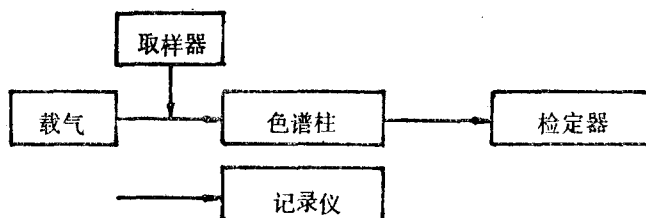


图1 电子级氩中痕量氮测定流程图