

中华人民共和国国家标准

氧气中微量氩、氮和氙的测定 气相色谱法

GB/T 14605—93

Determination of trace argon, nitrogen and krypton in
oxygen—Gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氧气中微量氩、氮和氙含量的测定方法。

本标准适用于纯氧、高纯氧以及电子工业用气体氧等气态和液态氧中微量氩、氮和氙含量的测定。

2 引用标准

GB 2723 工业用化学产品采样的安全通则

GB 4844 氩气

GB 6680 液体化工产品采样通则

GB 6681 气体化工产品采样通则

GB 7445 氢气

3 方法提要

采用气相色谱法测定氧气中微量氩、氮和氙。

本法采用脱氧剂先将氧脱除,而后使被检测组分氩、氮和氙经色谱分离后进入检测器。检测器输出的响应值大小在一定范围内与待测组分含量成正比。将待测组分的响应值与标准混合气体中已知浓度的相同组分的响应值相比较而定量。

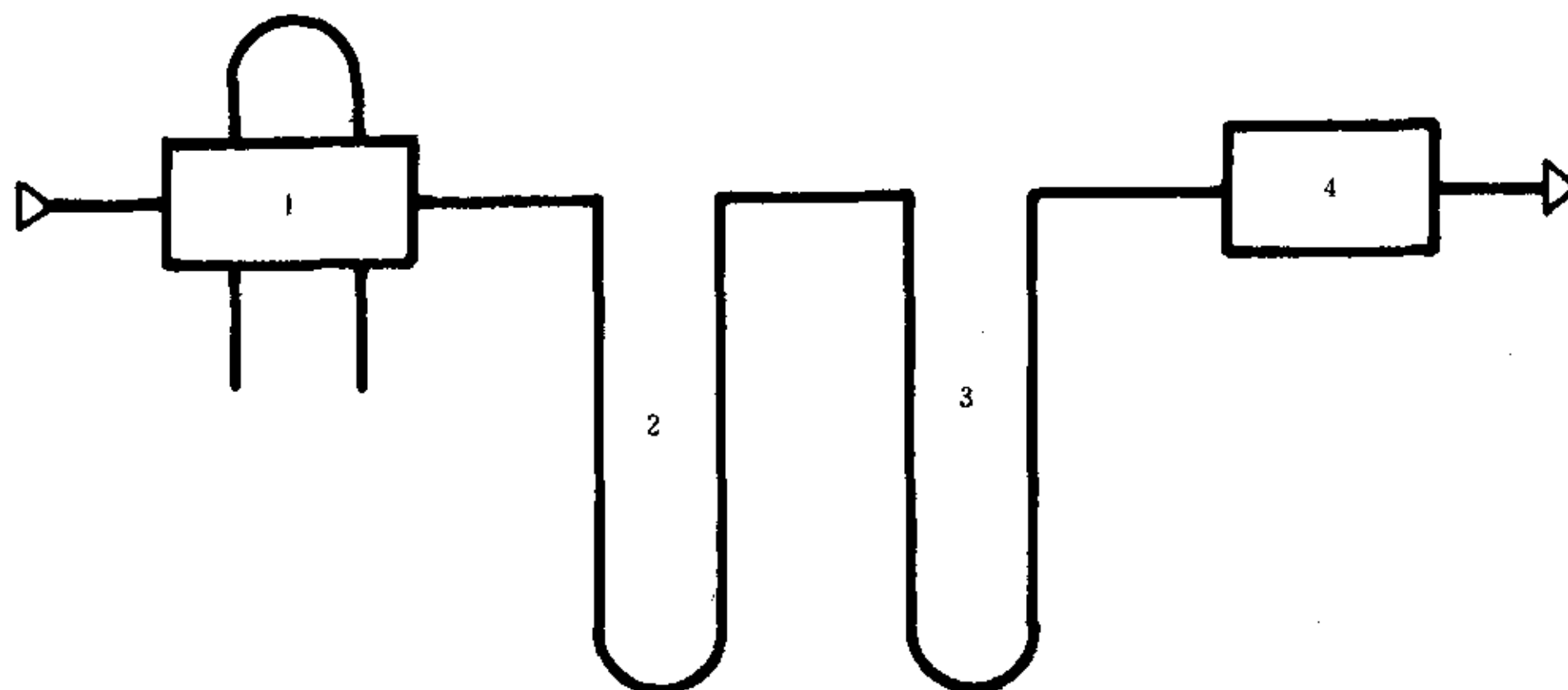
4 仪器

根据氩、氮和氙的含量范围以及仪器的检测能力,选择下述气相色谱仪:

a. 带有热导检测器(TCD)的气相色谱仪,对氩、氮的检测能力均应比待测组分含量低约一个数量级,线性动态范围不低于 10^4 。适用于电子工业用气体氧中微量氩、氮含量的测定。

b. 带有氩离子化检测器(HID)或光离子化检测器(PID)的气相色谱仪,对氩、氮和氙的检测能力应比待测组分含量低约一个数量级,线性动态范围不低于 10^3 。适用于纯氧、高纯氧和电子工业用气体氧中微量氩、氮和氙含量的测定。

色谱仪的主气路流程示意如下图所示:



色谱仪主气路流程示意图

1 样品阀; 2 脱氧柱; 3 分离柱;
4 检测器

5 测定条件

5.1 色谱柱

长约 2 m, 内径约 4 mm 不锈钢柱。内装 250~400 μm 的 5 A(或 13X)分子筛。该柱经活化处理后, 对氩、氮和氙的分离度应大于 1。

5.2 脱氧柱

长约 2 m, 内径约 4 mm 玻璃柱或不锈钢柱, 内装 400~800 μm 的 401 脱氧剂。
允许使用具有与本标准规定相同脱氧能力的其他类型的脱氧剂。

5.3 载气

当采用带有热导检测器(TCD)的色谱仪时, 采用高纯氢作载气。高纯氢应符合 GB 7145 的规定, 其中氩含量不得超过待测组分含量的 10%。也可采用高纯氮作载气, 高纯氮应符合 GB 4844 的规定。

当采用带有氩离子化检测器(HID)或光离子化检测器(PID)的色谱仪时, 用高纯氮作载气, 高纯氮应符合 GB 4844 的规定。当高纯氮中氩、氮和氙的实际含量超过或接近待测组分含量时, 应将高纯氮经纯化后方可使用, 保证载气中氩、氮和氙含量应低于待测组分含量的 10%。

载气的流量按仪器说明书和待测组分的分离情况选定。

5.4 仪器的操作参数

仪器的操作参数, 按仪器使用说明书和本标准要求选定。

5.5 样品体积

采用带热导检测器的色谱仪时, 样品体积为 5~10 mL。

采用带氩离子化或光离子化检测器的色谱仪时, 样品气体积为 1~5 mL。

5.6 检测器温度: 室温。

5.7 色谱柱温度: 室温或视分离度要求选定。

5.8 脱氧柱温度: 室温或按脱氧剂要求选定。

6 准备工作

6.1 色谱柱的准备

将 250~400 μm 的 5 A(或 13X)分子筛于马福炉中在约 500 $^{\circ}\text{C}$ 下活化 4~6 h, 取出置于干燥器中冷至室温, 装入清洁、干燥的色谱柱中备用。或将装有 250~400 μm 的 5 A(或 13X)分子筛的色谱柱在约