

深冷空分工艺中精确、快速、免维护的杂质分析方案

Spark · HALO 3 · HALO H2



气体 & 化工

污染排放

能源

半导体 & LED

大气环境

实验室

这份应用指南详细说明了在深冷空分工艺中，Tiger Optics公司的Spark和Halo系列的气体分析仪，通过利用CRDS光谱技术分析检测水气、二氧化碳、甲烷、乙炔和氢气等杂质，从而提高工艺安全和运行效率。

通过CRDS分析仪提高工艺安全和运行效率

在深冷空分工艺中，通过使用Tiger Optic微量气体分析仪，不仅可以帮助客户节约成本和节省时间，而且可以帮助工艺人员第一时间发现工艺气中的有害杂质。

CRDS分析仪的优点包括：

- 免标定
- 没有易耗品，无需载气，零点气，量程气
- 设计简洁，没有移动部件
- 即插即用，操作简单
- 精确分析 H₂O、CO₂、CH₄、C₂H₂和H₂等杂质
- 快速响应，工艺控制的理想方案

深冷空分

在工业气体领域，深冷空分是生产高纯气态及液态氮气，氧气和氩气的关键。通过调整深冷工艺可以生产所需的纯气和混合气。图1是典型的深冷空分流程图

监控气体杂质确保空分设备运行的安全

压缩机后，通过对空气深冷和纯化，可有效去除工艺气中的杂质污染物如H₂O，CO₂。变温吸附（TSA）和变压吸附（PSA）是利用在不同温度，不同压力下物质吸附能力不同，去除工艺中的杂质。是最常见的纯化方法。

在深冷工艺中，纯化装置是必不可少的。因为杂质会引起下游热交换器和深冷分离设备的冰堵。导致产品质量受到影响，系统自身受到损坏。比如水，二氧化碳在低温下会凝结成固体，引起管线，阀门堵塞，最终导致工厂设备故障，造成隐患。

产品气中的碳氢化合物冷凝同样会引起安全问题，尤其是在制氧工艺中。因为甲烷或者乙炔的沸点都高于氧气，导致甲烷和乙炔在液氧中会产生聚集。纯氧中大量的挥发性有

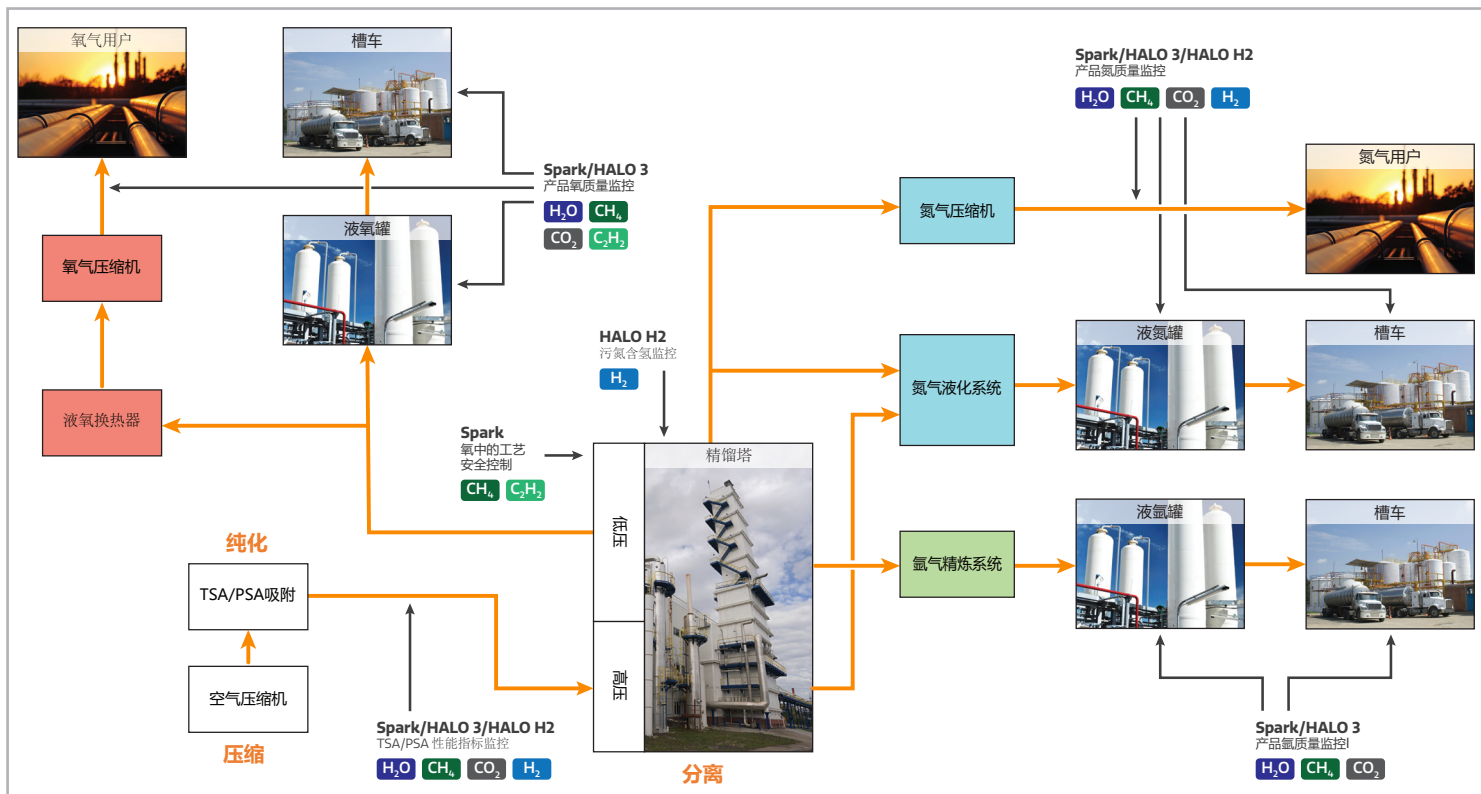


图1 深冷空分的流程图和测量点

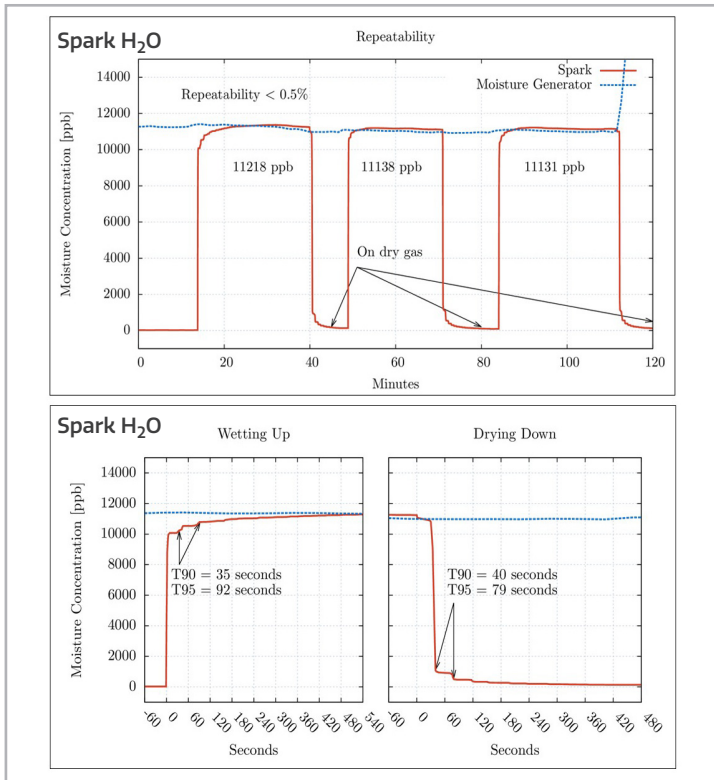


图2 Spark H₂O的重复性和响应速度

物会产生快速剧烈的氧化反应，引起巨大的安全风险。通常氧气管道需要最高标准的吹扫，任何从表面释放的小颗粒在高速移动下都会是潜在的点火源。因此，为了保障工厂安全运营，对碳氢杂质含量进行监控是必不可少的。

在整个空分工艺中，微量氢气是另一个需要重点监测的指标。由于氢气在工艺过程中不能被有效去除，只能通过蒸馏塔顶排放累积的氢气，因此通过分析污氮中的氢气含量可以对空分工艺中的氢气含量进行有效控制。

Tiger可以帮到您

Tiger的CRDS气体分析仪通过有效监控TSA和PSA出口的空氣，确保工艺气在进入热交换机前水已经完全被去除，同时二氧化碳、甲烷、乙炔和氢气等杂质都在安全指标范围内，确保工厂和工人的安全。

一般在空分厂，操作人员根据产品气纯度的质量要求，可以选择量程更大的Spark系列分析仪和精度更高的HALO系列分析仪来监测杂质。比如分析氮气背景下的水分含量，Spark的量程为0-2000ppm，最低检测下限达到12ppb，而HALO 3的量程为0-20ppm，最低检测下限达到1.2ppb。如图2所示，Spark精度达到15ppb以内，重复性优于0.5%RSD。Spark可以实现对水含量快速检测，达到95%标样量程的响应时间小于3分钟。通常配置旁路，优化取样系统后，实际响应速度更快。

由于Tiger的CRDS分析仪对被测物质响应快且精度高，非常适用于过程控制中的关键点位分析。因此Spark CO₂/HALO 3 CO₂、Spark CH₄/HALO 3 CH₄和Spark C₂H₂就成为代替传统的红外分析仪，FID分析仪和色谱分析仪的理想方案。与红外分析仪不同，CRDS的用户不用担心仪器读值会漂移，意味着用户不用对CRDS分析仪重复繁琐的标定和维护工作。此外，在分析CH₄和C₂H₂时由于CRDS分析仪无需用氢气作为燃料气，相比FID分析仪更安全。用户也无需准备

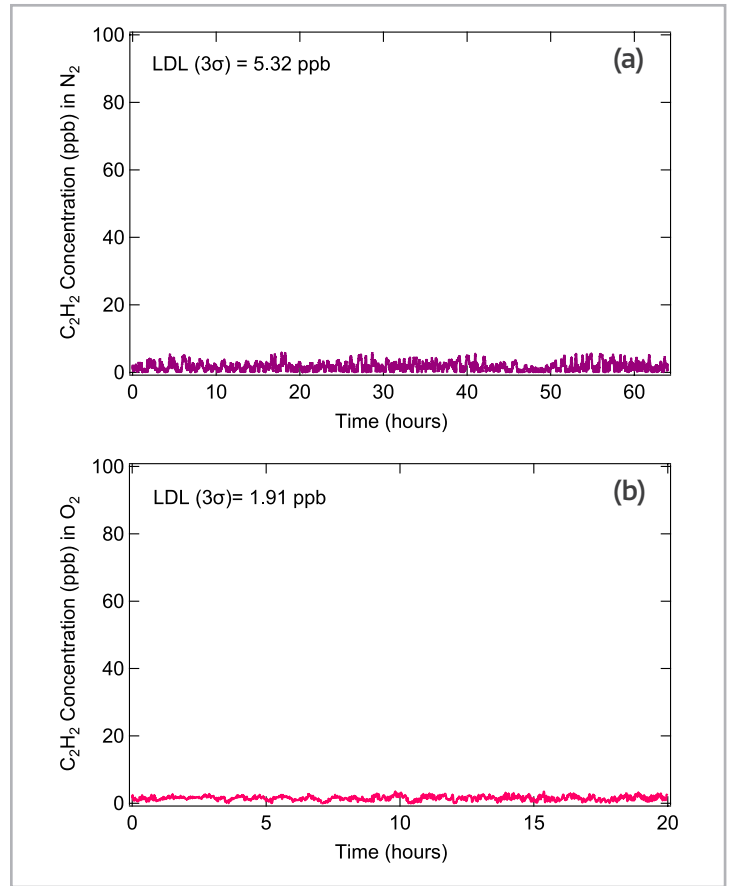


图3 Spark C₂H₂ 通60小时氮气与20小时氧气后的零点基线

FID或者色谱分析仪配套的标定气或载气。CRDS分析仪还提供24/7实时测量，优秀的灵敏度（见表1），确保一旦杂质含量超标马上就被检测出，让工厂至始至终都安全运行。图3

(a) 为 Spark C₂H₂测量氮气中乙炔的曲线图，通零点气测试60小时后，仪器读数始终小于LDL。图3 (b) 为测量氧气中乙炔的曲线图，通零点气测试20小时后，仪器读数同样始终小于LDL。在量程点测试中，Spark C₂H₂ 的表现同样优异。用经认证的C₂H₂量程气（氮背景下3.961ppm C₂H₂）做测试，结果如图4 (a) 所示，相对精度为-0.05%，重复性为0.19%。再用氧背景下200ppb C₂H₂做测试，结果如图4 (b) 所示，重复性为0.54%。测试结果均都在承诺的误差范围内，突显出Spark优异的测量表现。

除了超低的检测下限和超高的测量精度外，Spark C₂H₂在响应速度上的表现同样非常优秀。如图5所示，从零点切换到量程点和从量程点切换到零点的响应时间均小于1分钟。

（量程点为200ppb）图6展现了 Spark CH₄ 从更高的量程点2ppm进行切换的响应时间。这些测试结果都证明，Spark具备对关键安全指标进行连续实时分析的能力，是确保工艺过程安全的理想解决方案。

由于氢气无法被近红外光直接检测到，基于Tiger专利的催化转化技术，Tiger推出了HALO H2分析仪。该技术久经考验，已应用在Tiger的氧气分析仪上十多年。先把H2转化为H₂O，再被CRDS精确检测。此过程确保转化效率为100%。

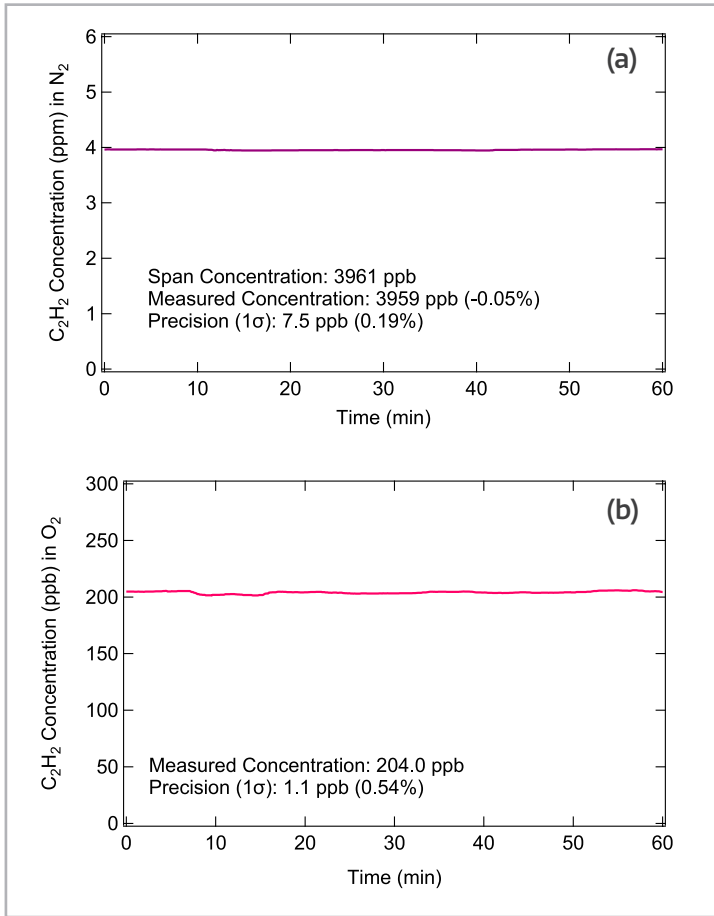


图4 Spark C₂H₂ 在氮气和氧气背景下的量程点测量

表1 Spark和HALO的规格参数

型号	背景气	量程	LDL (3σ/24h)
Spark H ₂ O	Air (CDA)	0 – 1800 ppm	10 ppb
	Ar	0 – 900 ppm	4.5 ppb
	N ₂	0 – 2000 ppm	12 ppb
	O ₂	0 – 1000 ppm	6 ppb
Spark CO ₂	Air (CDA)	0 – 1500 ppm	250 ppb
	Ar	0 – 1200 ppm	220 ppb
	N ₂	0 – 1500 ppm	250 ppb
	O ₂	0 – 1200 ppm	220 ppb
Spark CH ₄	Air (CDA)	0 – 80 ppm	7.5 ppb
	Ar	0 – 70 ppm	6.5 ppb
	N ₂	0 – 80 ppm	7.5 ppb
	O ₂	0 – 50 ppm	6 ppb
Spark C ₂ H ₂	Air (CDA)	0 – 80 ppm	8 ppb
	N ₂	0 – 80 ppm	8 ppb
	O ₂	0 – 70 ppm	7 ppb

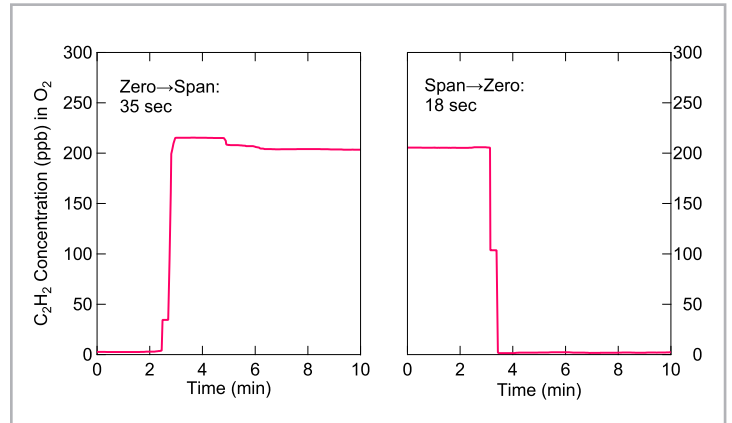


图5 Spark C₂H₂在氧气背景下的响应速度

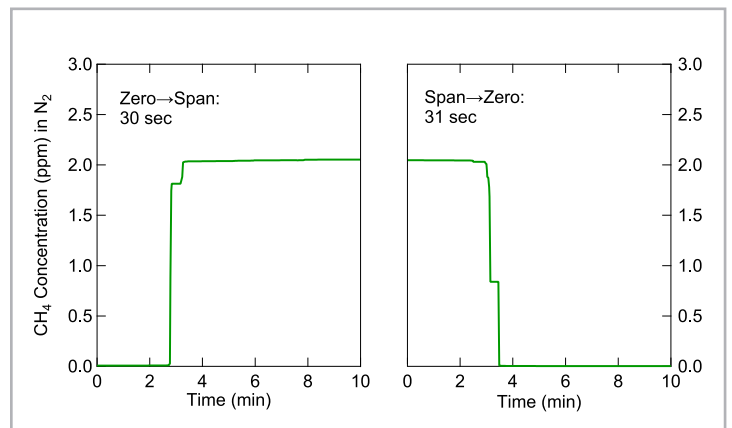


图6 Spark CH₄在氮气背景下的响应速度

型号	背景气	量程	LDL (3σ/24h)
HALO 3 H ₂ O	Air (CDA)	0 – 18 ppm	1.2 ppb
	Ar	0 – 9 ppm	0.6 ppb
	N ₂	0 – 20 ppm	1.2 ppb
	O ₂	0 – 12 ppm	0.7 ppb
HALO 3 CO ₂	Air (CDA)*	0 – 10 ppm	8 ppb
	Ar*	0 – 10 ppm	8 ppb
	N ₂	0 – 12 ppm	8 ppb
	O ₂ *	0 – 10 ppm	8 ppb
HALO 3 CH ₄	Air (CDA)	0 – 7 ppm	1.5 ppb
	Ar	0 – 7 ppm	1.4 ppb
	N ₂	0 – 8 ppm	1.6 ppb
	O ₂	0 – 6 ppm	1.1 ppb
HALO H ₂	Air (CDA)	0 – 5000 ppm	80 ppb
	Ar	0 – 200 ppm	6 ppb
	N ₂	0 – 500 ppm	8 ppb

*最终规格由实验结果决定

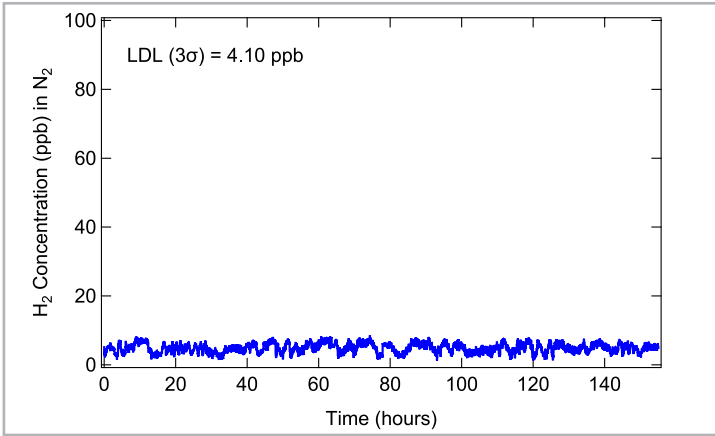


图7 HALO H2氮气背景下的零点基线

图7为HALO H2测量氮气中的氢气的曲线图，通零点气测试150小时后（超过6天），读数没有发生漂移和异常突变。3σ的噪音仅为4.1ppb，远低于承诺的LDL8ppb。

表1整理了Tiger Optics在深冷空分工艺中，用户常用的Spark和HALO仪器型号和规格参数。

快速流路切换

传统的分析技术需要配置多台仪器才能实现不同背景气下的杂质分析。CRDS分析仪响应速度快，支持多种样品气间快速切换。Spark和HALO通过远程通讯，可以与样品切换系统无缝衔接。通过配置高纯气体切换系统，Spark和HALO可以替代多台气体分析仪。一台分析仪就可以快速、准确地测量不同样品气中地杂质。

光腔衰荡光谱技术

所有的Tiger Optics分析仪都是基于CRDS原理。图8罗列了仪器内部的核心部件。CRDS测量时，通过调节激光波长，使激光锁定在被测分子独有的吸收波长上。通过测量光衰荡的时间，毫秒间就可以得到准确的分子数。本质上，通过测量光衰荡的时间就可以精确、快速，无接触地测量杂质含量。

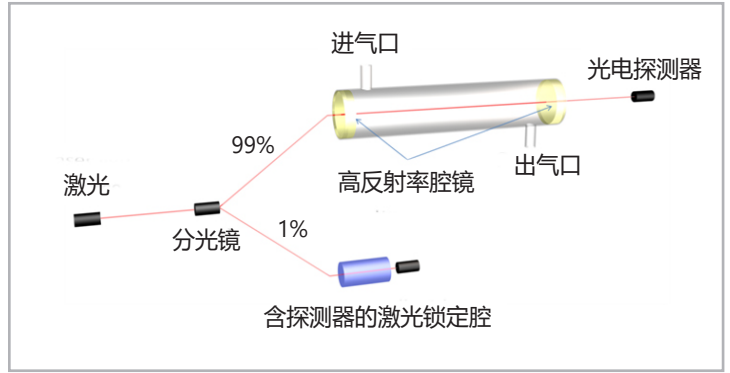


图8 光腔衰荡光谱的原理图

Tiger Optics公司简介

Tiger Optics成立于2001年，专注于气体分析领域及大气与环境检测，备受用户好评。产品基于强劲的CRDS技术，分析仪可实现连续测量，并具有自动零点校准功能，仪器简单易用，无需移动部件和消耗件。Tiger的分析仪具备超低的检测下限，快速的响应速度，灵活的应用范围和无与伦比的测量精度。从最洁净的半导体晶圆厂到最苛刻的燃煤电厂废气，我们的分析仪致力于提高您的产出，降低您的成本，免去您对仪器繁琐的日常维护。

全球第一家经过ISO认证的CRDS公司

Tiger Optics 是全球第一家经 ISO 9001:2008 和 ISO 9001:2015 认证的CRDS公司。ISO 9001是确保生产过程一致和持续质量提升的重要标准。



©Tiger Optics, LLC • Ver. 4/2022CN