

ICS 27.100

F 24

备案号: 15318-2005

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 920 — 2005

代替 SD 311 — 1989

六氟化硫气体中空气、四氟化碳的 气相色谱测定法

Determination of air and carbon tetrafluoride content in sulphur hexafluoride
by gas chromatography method

2005-02-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



目 次

前言·	· II
1 范围·	· 1
2 原理·	· 1
3 仪器和材料·	· 1
4 分析步骤·	· 2
5 结果计算·	· 3



前 言

本标准是根据原国家经济贸易委员会《关于下达 2000 年度电力行业标准制、修订计划项目的通知》（电力〔2000〕70 号文）下达的计划任务，对 SD311—1989《六氟化硫气体中空气、四氟化碳的气相色谱测定法》进行修订的。

六氟化硫气体中的空气、四氟化碳含量，是六氟化硫气体质量控制的重要指标之一。

主要修订内容为：

- 明确了本标准的适用范围。
- 增加了质量校正系数的测定方法。
- 保留了原标准的详细操作步骤和结果计算方法。

本标准自实施之日起，代替原 SD311—1989。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司、重庆电力试验研究所。

本标准主要起草人：孟玉婵、姚强。

六氟化硫气体中空气、四氟化碳的气相色谱测定法

1 范围

本标准规定了六氟化硫气体中空气、四氟化碳的气相色谱测定法。

本标准适用于电气设备用六氟化硫气体中空气（ N_2 、 O_2 ）、四氟化碳含量的测定。

2 原理

本方法采用气相色谱仪将空气、四氟化碳、六氟化硫完全分离，其浓度可以从它们的峰区面积和被测化合物对检测器的校正系数来确定。结果以空气、四氟化碳与六氟化硫的质量百分数（%）表示。

3 仪器和材料

3.1 色谱仪

带有热导检测器的气相色谱仪。

3.2 记录装置

色谱数据处理机、色谱工作站、积分仪或具有量程为（0~1）mV，响应时间为 1s，记录纸宽度为 250mm 的记录仪。

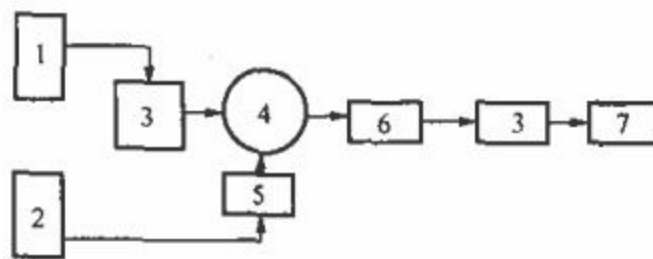
3.3 载气

氮气（或氢气），纯度不低于 99.99%。

3.4 色谱柱

对所检测组分的分离度应满足定量分析的要求。常用的色谱柱为长 2m，内径 3mm 的不锈钢管，内填 60 目~80 目的 GDX-104 担体（或合适的其他色谱固定相）。

新的分离柱在使用前，应在 120℃ 下通载气，至少 4h。测定装置示意图 1。



1—载气瓶；2— SF_6 气瓶（倒置）；3—热导池；4—六通阀；5—定量管；
6—恒温箱（内装分离柱）；7—记录仪或数据处理机

图 1 空气、四氟化碳测定装置示意

3.5 标准气体

应由国家计量部门授权的单位所配制的单一组分气体、多组分混合气体，且具有组分含量检验合格证并在有效使用期。各组分的质量百分数应大于相应未知组分浓度的 50%，或者小于未知组分浓度的 300%。

3.6 仪器气路流程

常用气路流程示例见表 1。

表 1 常用气路流程示例

	流程示意图	常用固定相	说明
单柱	<p>1—干燥管；2—稳压阀；3—热导池参考臂；4—六通定量阀； 5—进样口；6—流量计；7—色谱柱；8—热导池测量臂</p>	60目~80目 GDX-104 或 Porapak-Q	可分离： air、CF ₄ 、SF ₆
双柱并联	<p>1—热导池参考臂；2—六通阀；3—进样器；4—色谱柱； 5—热导池测量臂；I、II—三通</p>	柱 1、柱 2： 60目~80目 GDX-104 或 Porapak-Q	柱 1：可分离 air、CF ₄ 、SF ₆ 柱 2：可分离 air、CF ₄ 、SF ₆
双柱串联	<p>1—热导池参考臂；2—六通阀；3—进样器；4—13X 分子筛柱； 5—进样器；6—色谱柱；7—热导池测量臂</p>	柱 1：13X 分子筛 柱 2：Porapak-Q	柱 1：可分离 O ₂ 、N ₂ 柱 2：可分离 CF ₄ 、SF ₆

4 分析步骤

4.1 准备

4.1.1 气相色谱仪

使仪器性能处于稳定备用状态，选择合适的色谱条件（常采用的色谱条件为：层析温度为 40℃，载气流速 35mL/min，桥电流为 200mA）。

4.1.2 质量校正系数的测定

将 0.1mL 的六氟化硫标准气样（空气标样、四氟化碳标样）在与分析样品相同的色谱条件下分别注入色谱柱中，组分 x 对于六氟化硫的校正系数 f_x 可由式（1）得出：

$$A_{\text{SF}_6} = f_x \frac{146}{M_x} A_x \quad (1)$$

式中：

A_{SF_6} ——六氟化硫峰区面积， $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ ；

A_x ——组分 x 的峰区面积， $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ ；

M_x ——组分 x 的相对分子量（空气：28.8，四氟化碳：88）；

146——六氟化硫的相对分子量；

f_x ——组分 x 的校正系数（当无条件测定校正系数时，可采用 $f_{\text{SF}_6}=1$ 、 $f_{\text{CF}_4}=0.7$ 、 $f_{\text{Air}}=0.4$ ）。

4.2 样品分析

4.2.1 样品气体的定量采集

将六氟化硫样品钢瓶倒置（以取液态样品），并与气体采样阀的进气口处相连接。依次打开样品钢瓶阀，旋转六通阀，使六氟化硫样品钢瓶气与采样管相连，用样品气冲洗 0.5mL 采样管及管路 3min~5min，把取样回路中的空气、残气吹洗出去，然后旋转六通阀，取样管闭路，待用，并关闭 SF₆ 样品钢瓶阀门。

4.2.2 样品分析

在稳定的色谱仪工作条件下，旋转六通阀，使载气与采样管相连，并迅速经分离柱、检测器进行分离检测，记录各不同组分的峰区面积（或峰高），然后将六通阀转至采样位置。

4.2.3 样品色谱图

示例见图 2。

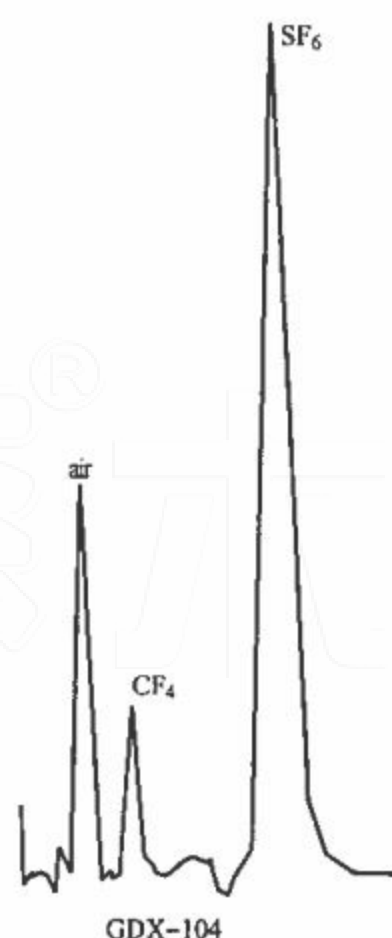


图 2 谱图出峰次序

5 结果计算

5.1 校正面积

记录各种不同成分的峰区面积。此面积为检测器对组分响应上的差异。校正面积可按式（2）由实测峰区面积乘以校正系数计算：

$$A'_x = A_x f_x \quad (2)$$

式中：

A'_x ——组分 x （空气或四氟化碳）校正后的峰区面积， $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ ；

A_x ——组分 x 的峰区面积， $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ ；

f_x ——组分 x 的校正系数。

5.2 结果计算

任一组分的质量百分数可按式（3）计算：

$$W_x = \frac{A'_x}{A'_t} \times 100 \quad (3)$$

式中：

DL/T 920—2005

W_x ——组分 x 的质量百分数，%；

A'_x ——组分 x （空气或四氟化碳）校正后的峰区面积， $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ ；

A'_t ——各峰区校正面积之和（空气、四氟化碳和六氟化硫）， $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ 。
