

# Application News

## No. G300

气相色谱法

### 采用 GC-BID 进行绝缘气体 SF<sub>6</sub> 的分析

六氟化硫 (SF<sub>6</sub>) 作为一种绝缘性能良好且稳定性较高的气体被广泛应用于各个领域, 可用于气体绝缘变压器和断路器等电气设备中, 也可作为示踪气体。除此之外, SF<sub>6</sub> 作为高效温室气体而被人们所认识, COP3 会议的京都议定书将其列为需控制排放的对象。传统分析方法采用高灵敏度分析的电子捕获检测器 ECD, 但该方法存在一些问题, 如高浓度区域定量准确度, 以及因使用放射性同位素而导致手续繁琐的问题。岛津公司的介质阻挡放电等离子体检测器 BID 能够高灵敏度地检测所有成分。凭借独创的屏障放电技术, 使其成为一种稳定性可与传统通用检测器媲美, 且同时兼具高灵敏度的检测器。

本应用主要介绍 SF<sub>6</sub> 和 SF<sub>6</sub> 分解产物的分析实例。

R. Kubota, S. Uchiyama

#### ■ SF<sub>6</sub> 中的杂质分析

SF<sub>6</sub> 作为绝缘气体被各式各样的电气设备所用, 故需要进行质量管理来保证其绝缘性能, 并在回收再利用时进行纯度分析。使用 BID 对 SF<sub>6</sub> 中杂质进行分析的结果如图 1 所示。虽然主成分 SF<sub>6</sub>

处于饱和状态, 但主成分周围物质的定量准确度不受影响, 故本方法能够高灵敏度地同时分析无机气体、低碳烃化合物在内的杂质成分 (使用该色谱的条件, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 与 SF<sub>6</sub> 色谱峰重叠)。

SF<sub>6</sub> 中杂质的浓度如下所示:

H<sub>2</sub>: 0.9 ppm CO: 0.9 ppm CH<sub>4</sub>: 1.7 ppm

CO<sub>2</sub>: 21 ppm N<sub>2</sub>O: 2.0 ppm C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>: 2.4 ppm

C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>: 1.4 ppm C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>: 1.0 ppm C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>: 1.0 ppm

表 1 测定条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:4
Inj. Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 7 mL/min (流速恒定)
Column	: MICROPACKED-ST 2.0 m × 1.0 mm I.D. (为计算流速, 输入 250 m × 0.50 mm I.D., df = 10 μm)
Column Temp.	: 35 °C (2.5 min) - 20 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 265 °C (3.0 min)
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 3.0 mL (MGS-2030)

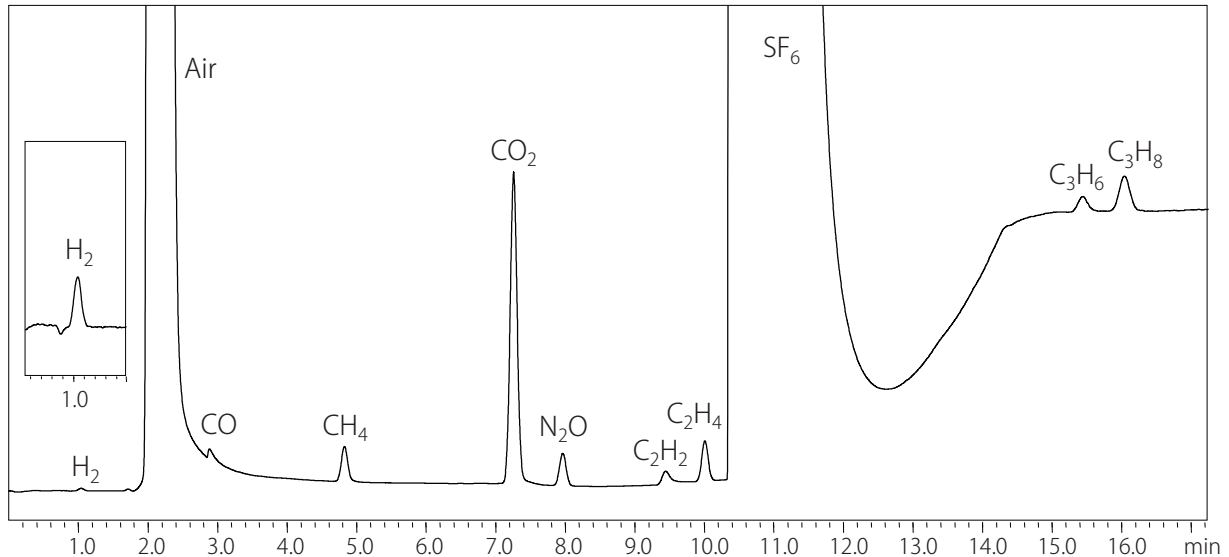


图 1 SF<sub>6</sub> 中的杂质分析

## ■ 大气中微量 SF<sub>6</sub> 的分析

SF<sub>6</sub> 属于强效温室效应气体，必须限制其排放。电气设备需要进行绝缘气体的泄漏试验，气体回收后也需要进行残留试验，这两种实验都需要痕量测定 SF<sub>6</sub>。分析条件如表 2 所示，大气中微量 SF<sub>6</sub> 的分析结果见图 2。

本实验可检测到 0.1 ppm 的 SF<sub>6</sub> (S/N=24\*<sup>1</sup>)，在 0.1~50 ppm 的范围内线性良好 (R<sup>2</sup>=0.9998)。

\* 1 根据 0.5 ~ 1.5 min 的基线计算噪音

表 2 测定条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:7
Inj.Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 45 cm/sec (线速度恒定)
Column	: SH-Rt™-Msieve 5A (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.50 μm)
Column Temp.	: 35 °C (2.5 min) - 20 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 270 °C (3.42 min)
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 3.0 mL (MGS-2030)

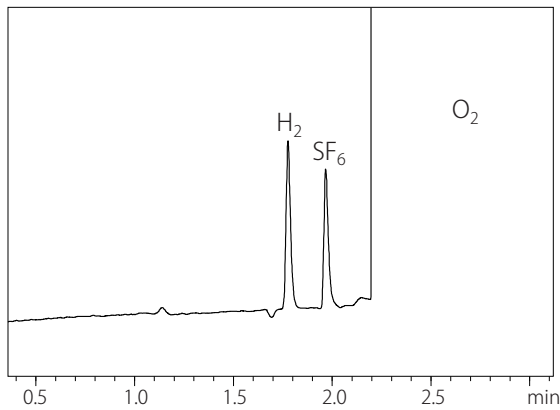


图 2 大气中微量 SF<sub>6</sub> (0.1 ppm) 的分析

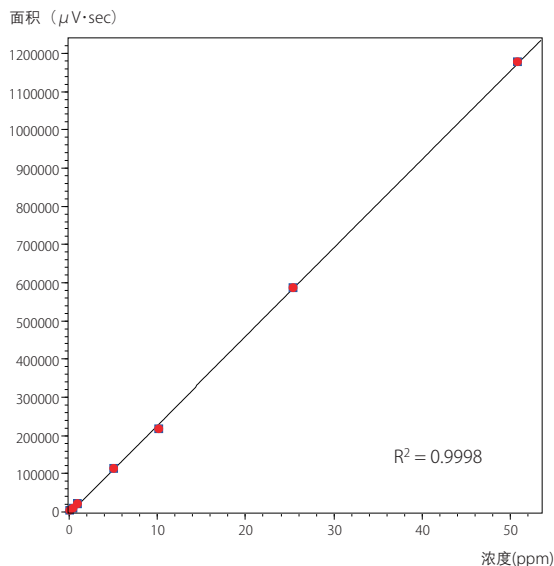


图 3 大气中 SF<sub>6</sub> 的线性 (0.1 ~ 50 ppm)

## ■ SF<sub>6</sub> 的分解气分析

SF<sub>6</sub> 作为绝缘气体可用于断路器等设备。断路器的安装是为了屏蔽电网中诸如雷电等的高电压，因此在维护断路器时会分析 SF<sub>6</sub> 的分解气来判断绝缘气的劣化情况。分析条件如表 3 所示，SF<sub>6</sub> 的分解气 CF<sub>4</sub> 与 SOF<sub>2</sub> 的色谱图如图 4 所示。

本系统可同时使用气体采样器和气密注射器两种进样方式，因此能够对各式各样的样品形态和浓度的气体样品进行分析。

表 3 测定条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:4
Inj.Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 7 mL/min (流速恒定)
Column	: MICROPACKED-ST 1.0 m×1.0 mm I.D. (为计算流速, 输入 1250 m×0.50 mm I.D., df = 15 μm)
Column Temp.	: 50 °C (1.0 min) - 25 °C/min - 150 °C (0 min) - 5 °C/min - 200 °C (0 min)
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 200 μL (气密注射器)

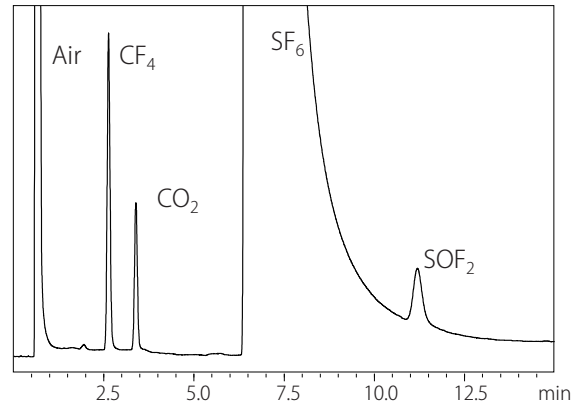


图 4 SF<sub>6</sub> 分解气体 (CF<sub>4</sub>: 310 ppm、SOF<sub>2</sub>: 107 ppm) 的分析

Nexis 是岛津制作所株式会社的商标。  
Rt 是 Restek Corporation 的商标。



岛津企业管理(中国)有限公司  
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2018年3月