

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。

表 1 常用气路流程示例

	流程示意图	常用固定相	说明
单柱	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	60 目~80 目 GDX-104 或 Porapak-Q	可分离： air、CF ₄ 、SF ₆
双柱 并联	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	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	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	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：

$$A_{SF_6} = f_x \frac{146}{M_x} A_x \tag{1}$$

式中：

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

A_x ——组分 x 的峰区面积， $\mu V \cdot s$ ；

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 $f_{SF_6}=1$ 、 $f_{CF_4}=0.7$ 、 $f_{Air}=0.4$ ）。

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。

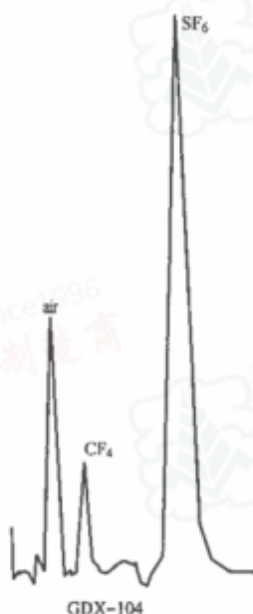


图 2 谱图出峰次序

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：

$$W_x = \frac{A'_x}{A'_1} \times 100 \quad (3)$$

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), $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ 。
