

解决方案 | 气相色谱检测六氟化硫气体含量

六氟化硫（SF₆）分子量 145.05，密度 6.602，熔点-50.5℃，升华温度-63.8℃，属于惰性非燃烧性气体，无色、无味、无臭、无毒。利用其化学稳定性好和对设备不腐蚀等特点，在工业中可用作保护剂和制冷剂及绝缘材料。

对于六氟化硫的检测，我国发布的多项标准中采用的方法为直接进样-气相色谱热导检测器（TCD）法。本文采用 5A 分子筛色谱柱分离六氟化硫，电子俘获检测器（ECD）检测器检测，最低检出限浓度可达 0.003ppb，可满足多行业六氟化硫检测需求，供相关人员参考。

实验原理

样品中的六氟化硫直接进样，经 5A 分子筛分离，电子俘获检测器检测，以保留时间定性，峰面积定量。

仪器与试剂

GC-4100 气相色谱仪（ECD 检测器）；

微量注射器；

氮气。

实验条件

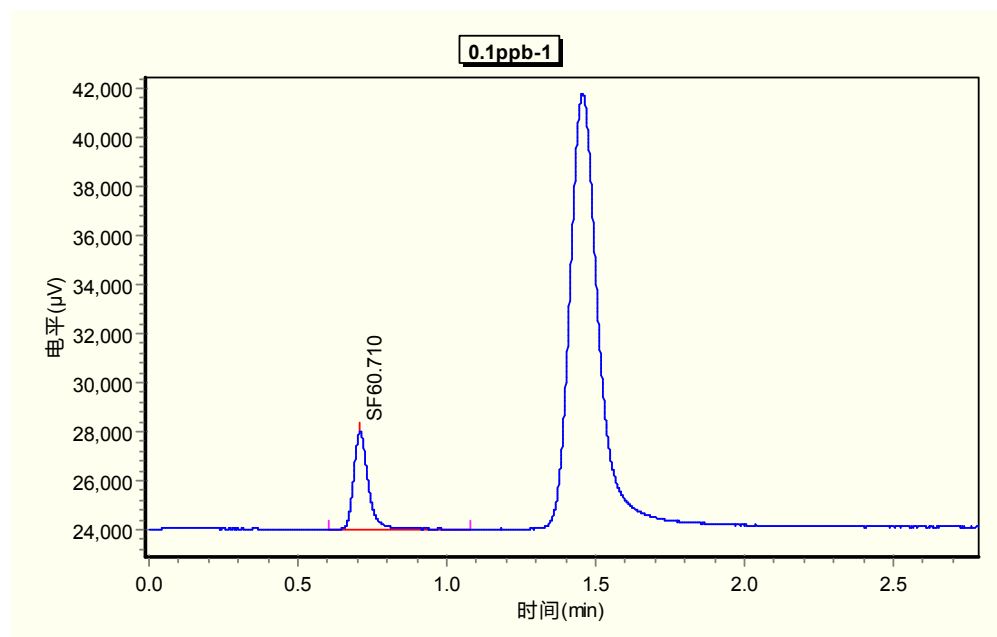
柱箱	50℃	检测器	电子捕获
----	-----	-----	------

温度			(ECD)
进样口 温度	150°C	检测器温度	300°C
柱流量 mL/min	20.0	载气类型	氮气
色谱柱	5A 柱	参比电流	0.8nA
色谱柱 规格	2.0m*4.0mm	进样量	0.5mL

实验结果

依次配置浓度为 0.1ppb、0.5ppb、1.0ppb、2.5ppb、5.0ppb、10.0ppb 的标准气体，然后待仪器稳定后，依次进样分析，根据峰面积和浓度绘制标准曲线。

0.1ppb 标气谱图-1:

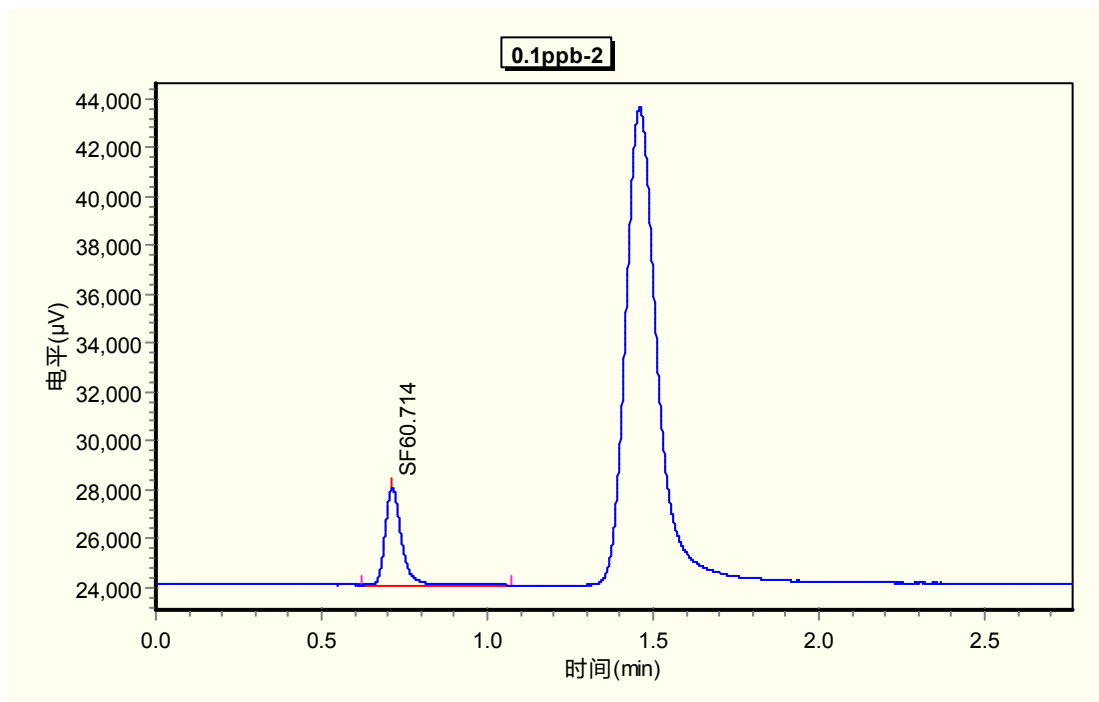


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量 (ppb)
1	SF6	0.710	13747	3983	0.100

0.1ppb 标气谱图-2:

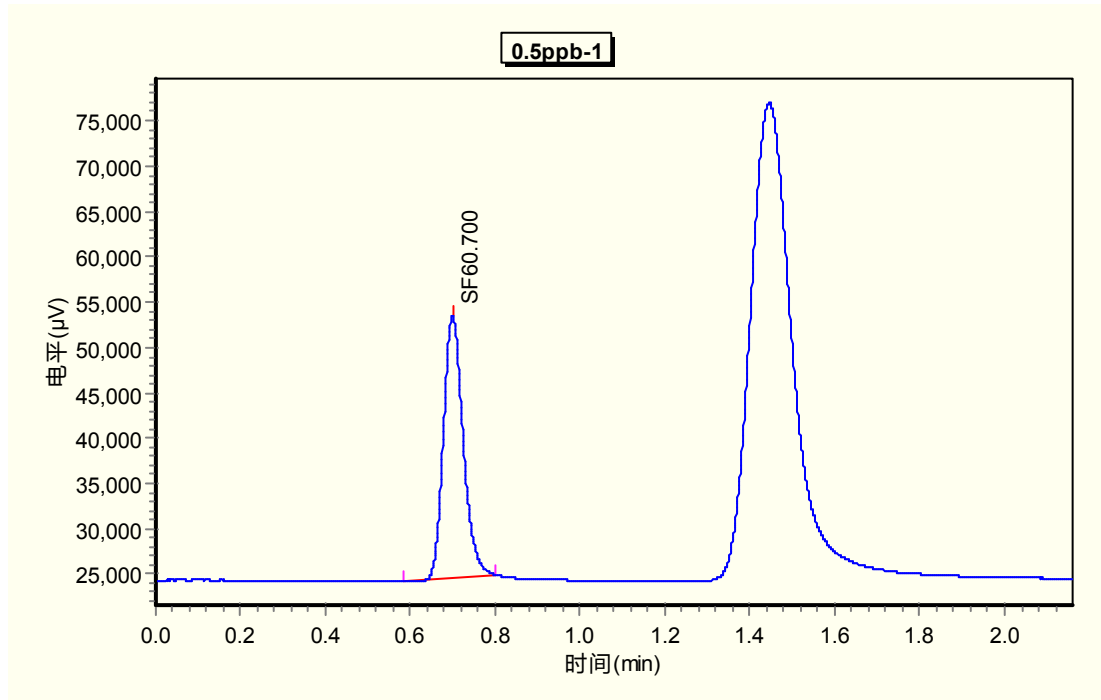


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量 (ppb)
1	SF6	0.714	13830	3998	0.100

0.5ppb 标气谱图-1:

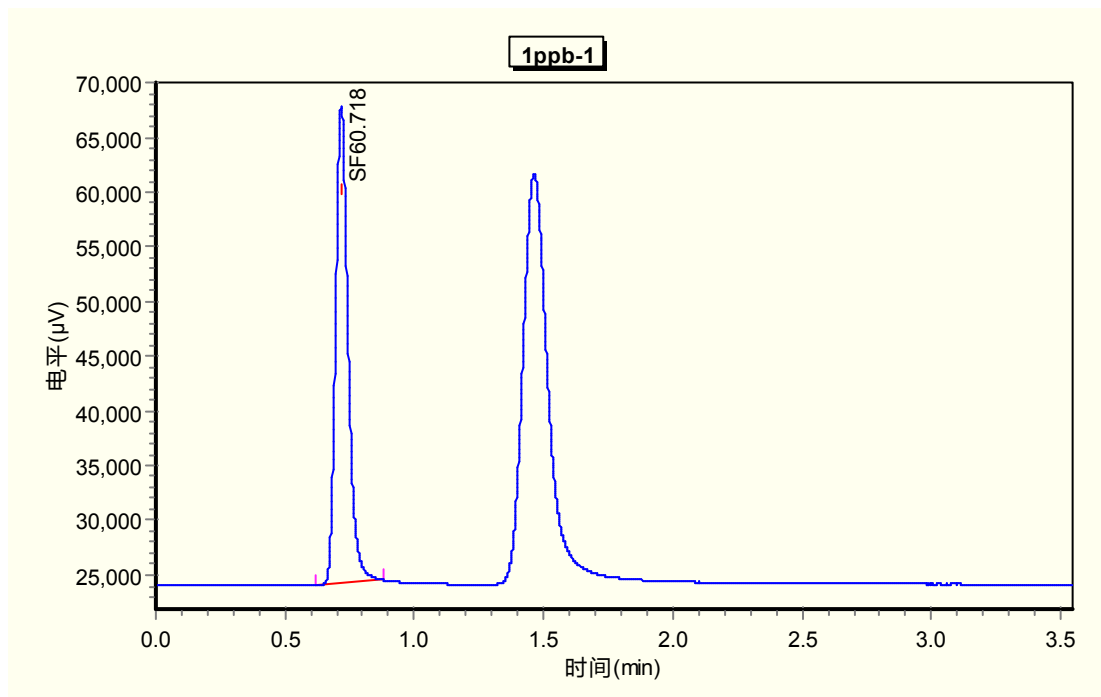


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量(ppb)
1	SF6	0.700	93494	28961	0.500

1.0ppb 标气谱图:

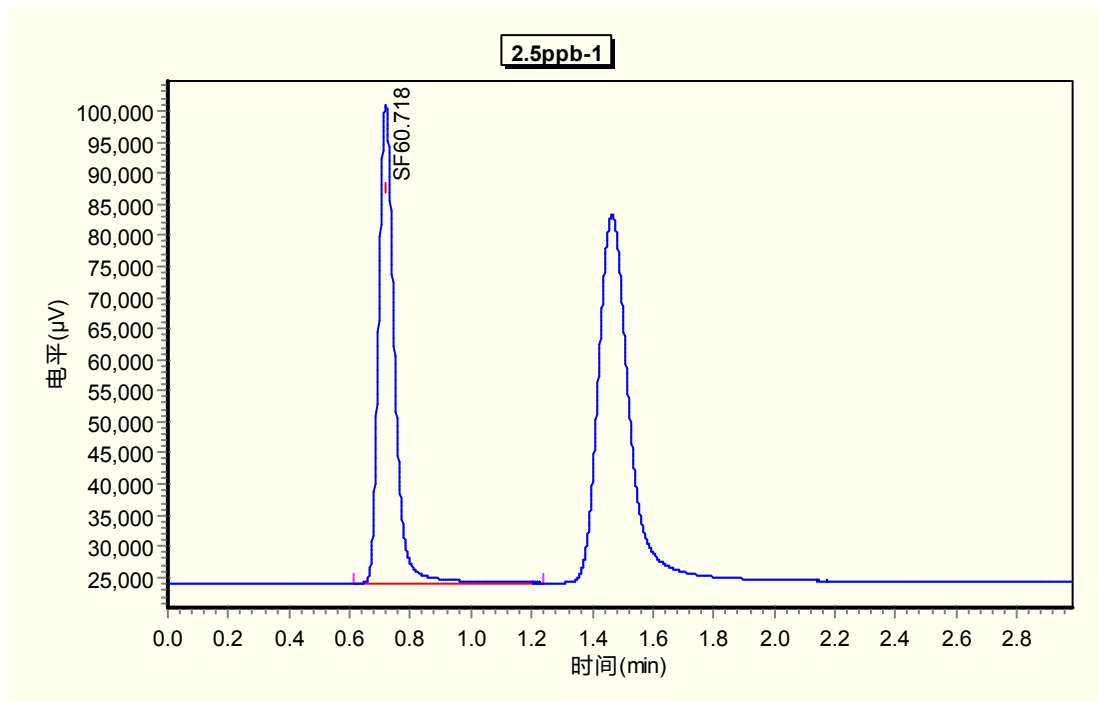


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量(ppb)
1	SF6	0.718	147061	43615	1.000

2.5ppb 标气谱图:

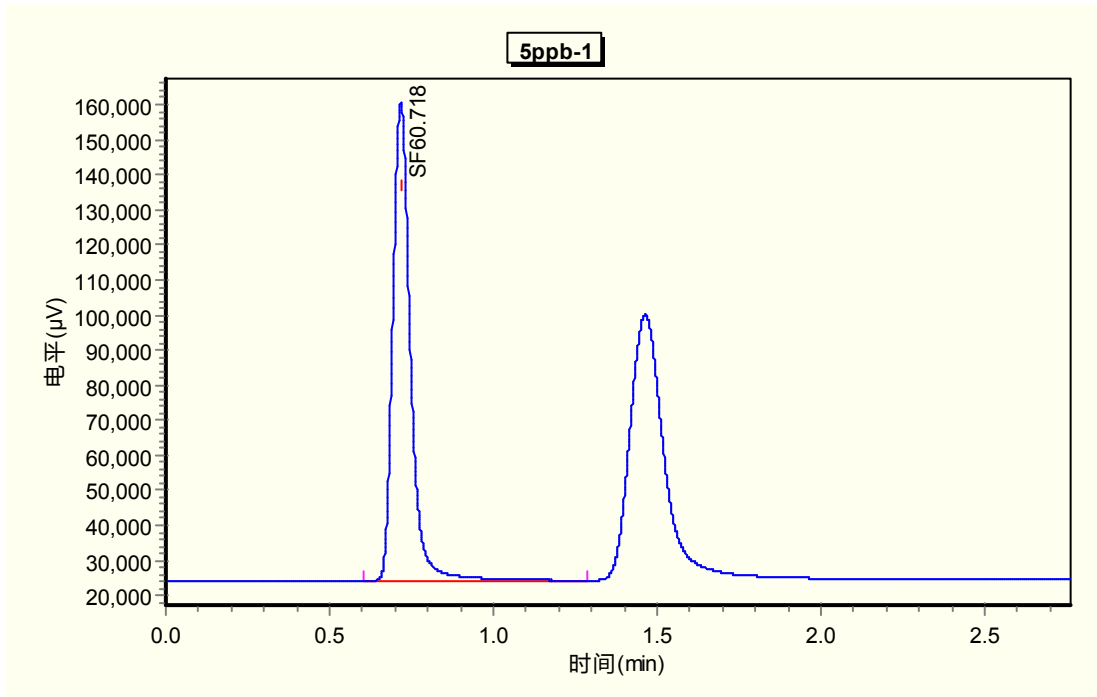


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量(ppb)
1	SF6	0.718	282256	77033	2.500

5.0ppb 标气谱图:

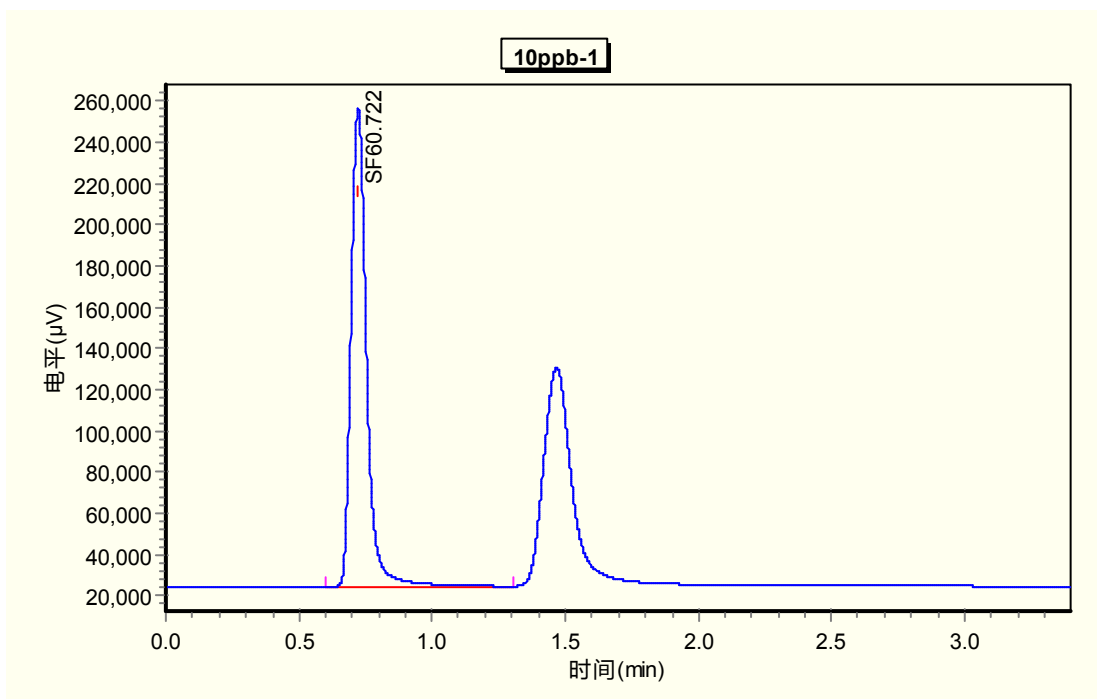


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量(ppb)
1	SF6	0.718	516895	136551	5.000

10.0ppb 标气谱图:

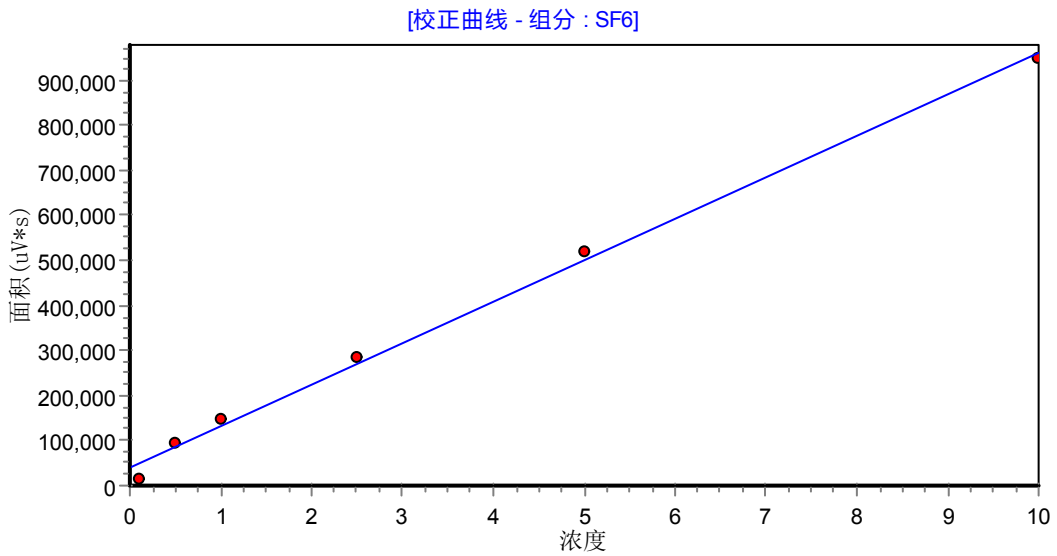


分析结果:

定量方法: 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量(ppb)
1	SF6	0.722	948346	232262	10.000

校正曲线:



浓 度: 0.1000 0.5000 1.0000 2.5000 5.0000 10.000

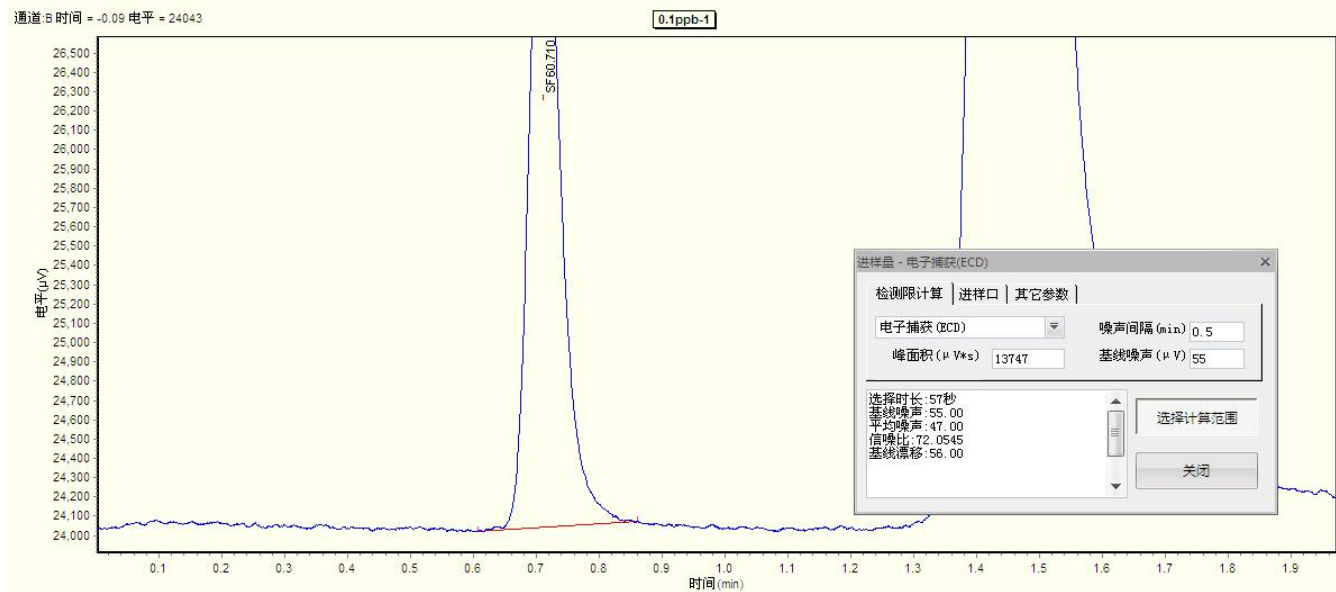
0

峰面积: 13789 94779 146718 281538 515609 948346

曲线方程: $Y = 91923.6421073 X + 40839.600403$

相关系数: 0.9983

2、检测限



$$Dt=2*N*C/h=2*55*0.1/3983=0.003\text{ppb}$$

实验总结

本文用 5A 分子筛分离六氟化硫气体，电子俘获检测器检测，建立测定六氟化硫含量的检测方法。实验结果表明：该方法出峰速度快，峰型好，保留时间在 0.71-0.72min，同时检测限低为 0.003ppb。可供相关人员参考。