



SF₆分析应用报告

六氟化硫（SF₆）作为一种示踪气体，广泛应用于通风场压防灭火技术中检测采空区或火区漏风通道、漏风量以及确定火区内的火源位置等方面。示踪气体 SF₆ 的分析，主要是利用色谱法，选用一台具有电子捕获检测器（ECD）的色谱仪完成测定，我们选用东西电子的 4011B 气相色谱仪进行测试。

基本原理：电子捕获检测器是一种有选择性的高灵敏度的检测器，因其只对具有电负性（指分子或原子捕获电子生成负离子的几率）的组份产生的信号，适用于分析含卤素分子的物质以及含 O、S、N、P 等原子的物质，灵敏度随物质电负性的增强而增强，因此广泛应用于多卤，多硫化合物的分析。

实验部分

一、 实验条件

- 1、仪器：GC4011B 气相色谱检测仪（ECD 检测器）
- 2、测试用样气：SF₆ 标准气 499ppm（北京京高气体有限公司）
- 3、载气：高纯 N₂
- 4、色谱工作站（v1.62）

二、 实验步骤

1、标准气的配制

SF ₆ 标准气	SF ₆ 标气取样量	用空气定容后的体积
499ppm	0.1mL	100mL
4.99ppm	1mL	100mL

分别按上表准确抽取一定量的高浓度 SF₆ 标准气体，在分别注入装有空气的 100mL 的注射器中，配制为所需浓度的 SF₆ 并混合均匀。

2、仪器条件

色谱柱：5A φ2mm×1m；



柱温：30℃； 汽化室温度：100℃；

检测器温度：100℃；灵敏度：高

衰减：1； 载气：氮气

流速：40mL/min；进样量：0.1mL

2.1 色谱柱选择

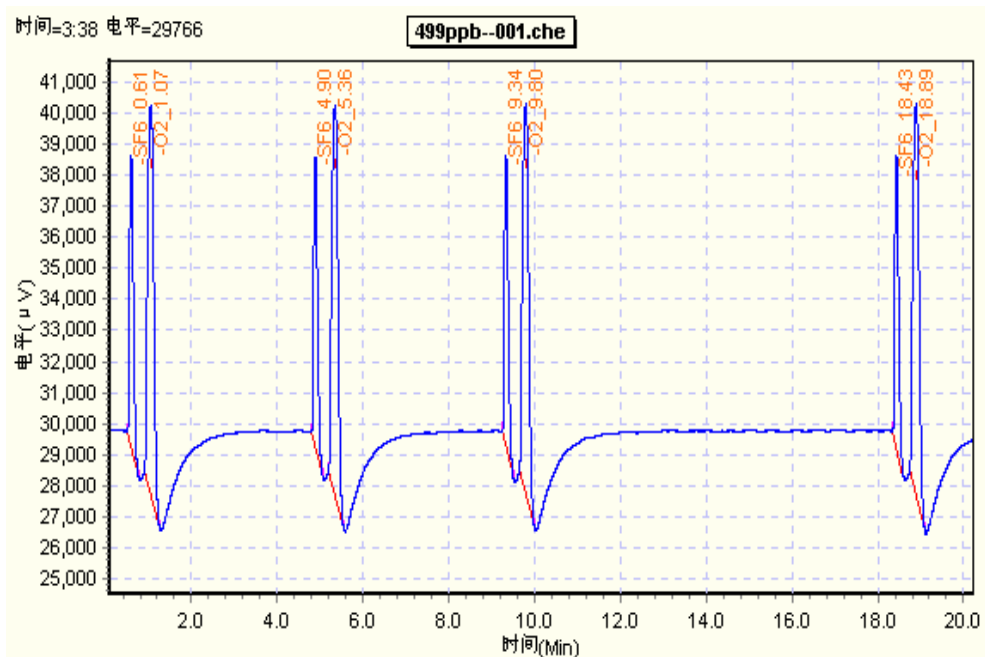
由于电子捕获检测器只对有捕获电子能力的物质产生信号，SF₆是电负性最强的物质，在实际样品中，只有空气中的氧有较强的电负性，影响 SF₆ 的直接测定，因此选用 5A 最为理想，因为 5A 分子筛吸附 O₂ 的能力较之吸附 SF₆ 的能力强，也就是说气样中的 O₂ 和 SF₆ 通过色谱柱后，吸附能力弱的组份 SF₆ 先流出色谱柱，而 O₂ 则后流出色谱柱，这样就避免了较大的 O₂ 峰掩盖低浓度的 SF₆ 峰，使定性定量方便，提高分析灵敏度。

2.2 载气流速的选择

载气流速的大小与稳定对分析影响较大，流速范围通常选择在 30~100mL/min，但 ECD 为浓度型检测器，其检测的响应值与载气中的物质的浓度成正比，不受载气流速的变化影响，但影响其保留时间，流速较快时，保留时间短，由于我们现在选用的柱箱温度为 30℃，所以在室温较高时，需增加柱温，可调节流速，使流速减慢，保持良好的分离度。

2.3 分析结果

当 SF₆ 的浓度较高时，SF₆ 产生的信号很大，就会掩盖 O₂ 的峰，所以 499ppm 的 SF₆ 标气的色谱图峰中 SF₆ 峰将 O₂ 覆盖了一部分，看似好象未分开，稀释后分析 499ppb 的 SF₆ 标气谱图如下：

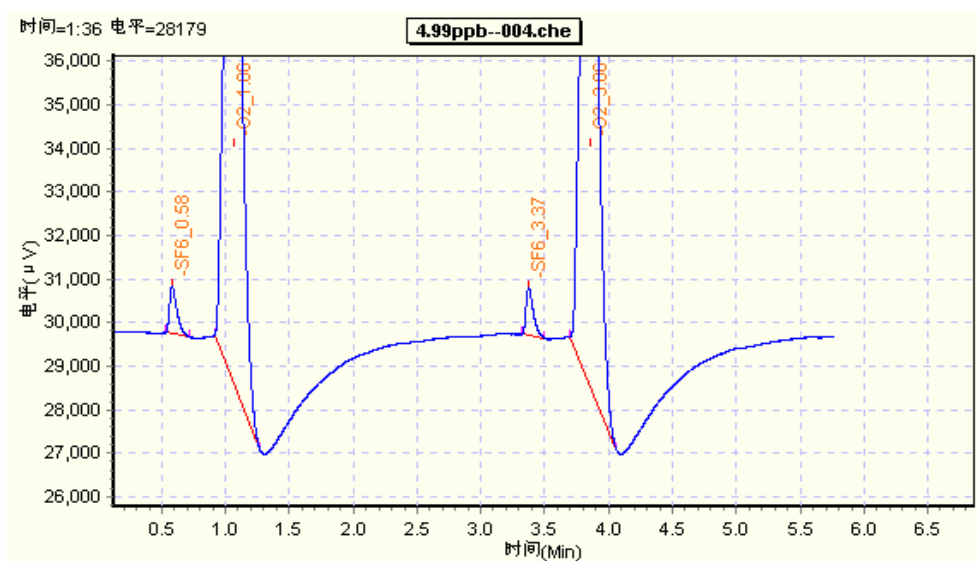


499ppm 分析谱图

峰高、峰面积的重复性，见下表：

分析次数	SF ₆ 峰高	SF ₆ 峰面积
1	9362	58759
2	9310	58087
3	9329	58331
4	9321	58232
5	9329	58398
6	9374	58791
7	9314	58042
8	9335	58553
9	9326	58150
10	9339	58424
11	9377	59054
RSD %	0.24	0.27

4.99ppb 分析谱图，见下图



4.99ppb 的 SF₆ 分析谱图

峰高、峰面积的重复性，见下表：

分析次数	峰高	峰面积
1	1083	4417
2	1093	4408
3	1092	4447
4	1087	4418
5	1079	4363
6	1090	4437
7	1075	4436
RSD%	0.6	0.58

从上面的分析结果中可以得出，分析的准确度很高，重复性在 1%以内，分析结果有高的可靠性。

2.4 分析最小检出浓度

根据计算，最小检出浓度为： 5.0×10^{-11} ，即 50ppt。

三、 结果讨论

3.1 色谱操作条件：5A 分子筛，柱长 1m，内径 $\Phi 2\text{mm}$ ，衰减：1；

载气：高纯氮；流速：40mL/min；进样量：0.1ml

3.2 通过计算，我们仪器对 SF₆ 的最小检出浓度达到 5.0×10^{-11} ，满足了煤矿



应用的需要。

四、参考文献

- 1、空气中 PPT 级 SF₆ 的气相色谱分析 《分析化学》1978.vol6no4;
- 2、用 SF₆ 示踪实验方法检测大气污染 《环境科学》1979.3;
- 3、用 ECD-气相色谱法测定示踪气体 SF₆ 钱国胤、吴志雄 1986.6。