



# 中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1551 — 2016

---

## 六氟化硫气体中二氧化硫、硫化氢、 氟化硫酰、氟化亚硫酰的测定方法 ——气质联用法

Determination of sulfur dioxide, hydrogen sulfide, sulfuryl fluoride and thionyl  
fluoride in sulfur hexafluoride—Gas chromatography-mass spectrometry

2016-01-07 发布

2016-06-01 实施

---

国家能源局 发布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 原理..... 1

5 仪器和材料..... 1

6 取样..... 2

7 分析步骤..... 2

8 结果计算..... 3

9 结果报告..... 4

## 前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由全国电气化学标准化技术委员会（TC322）归口。

本标准起草单位：广西电网有限责任公司电力科学研究院、国网安徽省电力公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：朱立平、刘陈瑶、黄云光、罗宗昌、梁沁沁、祁炯。

本标准 2016 年 1 月 7 日首次发布。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

# 六氟化硫气体中二氧化硫、硫化氢、 氟化硫酰、氟化亚硫酰的测定方法 ——气质联用法

## 1 范围

本标准规定了六氟化硫气体中二氧化硫（SO<sub>2</sub>）、硫化氢（H<sub>2</sub>S）、氟化硫酰（SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>）、氟化亚硫酰（SOF<sub>2</sub>）的气质联用测定方法。

本标准适用于电气设备用六氟化硫气体中 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 组分含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

DL/T 1032 电气设备用六氟化硫（SF<sub>6</sub>）气体取样方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**全扫描 full scan**

检测一段质荷比范围离子的采集方式，由每个采样点提取一张质谱图。

### 3.2

**选择离子检测 selected ion monitoring, SIM**

选择能够表征某物质的一个质谱峰进行检测，称为单离子检测（SID），选择多个离子峰进行检测，称为多离子检测（MID）。

## 4 原理

六氟化硫气体样品经过毛细管色谱柱分离后，用质谱仪对气体中的 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 组分进行检测，通过与标准气体保留时间和质谱图相比较进行定性，外标法定量，结果以 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 与六氟化硫的体积分数（μL/L）表示。本方法试验条件下，SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 的可检测限分别为 0.07μL/L、0.20μL/L、0.02μL/L、0.04μL/L。

## 5 仪器和材料

### 5.1 气相色谱—质谱联用仪

具有电子轰击电离源（EI）检测器。

### 5.2 进样系统

采用六通阀自动进样系统，定量环容积为 1mL，具有毛细管分流进样口。进样系统应选用经过钝化处理、具备高化学惰性的管路及附件，以减少含硫化合物在管路、附件上的吸附。

### 5.3 载气

氦气，纯度不低于 99.999%。

### 5.4 标准气体

国家二级标准物质，单一组分或多组分混合气体，应具有组分含量检验合格证并在有效使用期内。各组分的浓度应接近待测组分浓度。

### 5.5 毛细管色谱柱

固定相为 100%聚二甲基硅氧烷，规格为 60m（柱长） $\times$ 0.32mm（内径） $\times$ 8 $\mu$ m（膜厚）；或采用其他等效色谱柱。

### 5.6 仪器气路流程

气相色谱—质谱联用仪气路流程如图 1 所示。

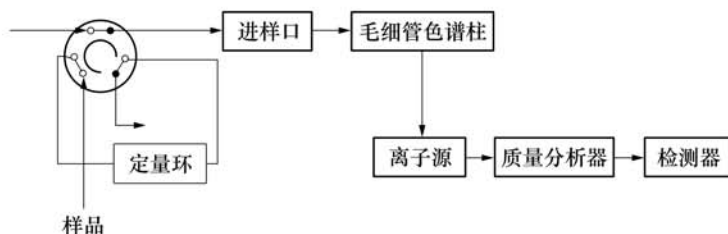


图 1 气相色谱—质谱联用仪气路流程

## 6 取样

6.1 六氟化硫气体样品采样应参照 DL/T 1032 的规定。

6.2 取样后，宜在 3 天内完成试验。

## 7 分析步骤

7.1 仪器测定参数可参考下列示例：

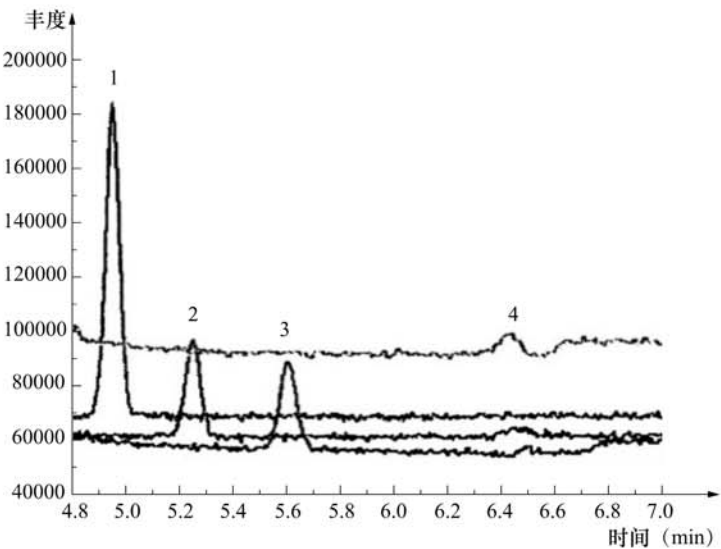
- 载气控制方式：恒流；流速 1.0mL/min。
- 进样口温度：100℃。
- 进样量：1mL；进样方式：分流模式，分流比为 150:1。
- 色谱—质谱接口温度：250℃。
- 离子源温度：230℃，四极杆温度：150℃。
- EI 源电离能量：70eV。
- 柱温程序：初始温度 50℃，保持 8min，程序升温速率 40℃/min，从 50℃升到 150℃，保持 0min，以 40℃/min 速率降温至 50℃。
- 溶剂延迟时间：4.7min。

7.2 操作步骤应符合下列要求：

- 仪器准备：启动气质联用仪，设置合适的仪器工作参数，待其稳定后用调谐液（如全氟三丁胺）对气相色谱—质谱分析系统进行调谐，使其各部件处最佳的分析状态，并确认调谐结果符合仪器的使用要求。
- 组分出峰时间的确定：采用全扫描测定方法对 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 四种标准气体进行质

谱扫描，全扫描范围为 20amu~200amu。通过与标准质谱库（NIST）比对，确定各组分出峰时间。图 2 给出了六氟化硫中 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 标准气体的总离子流图。

- c) 气质联用仪的定量标定：根据标准气体全扫描总离子流图中各组分出峰时间、定量离子、定性离子选择合适的离子检测参数建立选择离子检测方法；对 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 四种标准气体进行选择离子检测获取标准气体对应的定量离子峰面积，用外标法对仪器进行标定。同一组分两次标定的峰面积差应在其平均值的±5%以内。表 1 给出了 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 的定性和定量离子。



说明：1—SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>；2—SOF<sub>2</sub>；3—H<sub>2</sub>S；4—SO<sub>2</sub>

图 2 六氟化硫中 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 标准气体的总离子流图

表 1 SO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、SOF<sub>2</sub> 的定性与定量离子

组序号	组分	分子量	选择离子扫描时间 min		定量离子 (质荷比)	定性离子 (质荷比)
			开始时间	结束时间		
1	SO <sub>2</sub> F <sub>2</sub>	102	4.70	5.15	102 (或 83)	67、83、102
2	SOF <sub>2</sub>	86	5.15	5.60	86	48、67、86
3	H <sub>2</sub> S	34	5.60	6.20	34	32、33、34
4	SO <sub>2</sub>	64	6.20	11.33	64	48、64

- d) 样品检测：在标准气体标定的同一试验条件下，对六氟化硫气体样品进行选择离子检测，计算各组分定量离子峰面积。标准气体和样品气体中各组分响应值均应在仪器线性范围内，如果浓度过高，应适当调整分流比减少进样量，重新对仪器进行标定后测量。样品平行测定应至少两次，相邻两次测定值的相对标准偏差不应大于 10%。

8 结果计算

检测结果计算应采用外标定量法。各组分含量应按式（1）计算。

$$C_i = \frac{A_i}{A_{is}} \times C_{is} \tag{1}$$

式中：

C<sub>i</sub>——试样中被测组分 i 的含量，μL/L；

$A_i$ ——试样中被测组分  $i$  的峰面积;

$C_{is}$ ——标气中被测组分  $i$  的含量,  $\mu\text{L/L}$ ;

$A_{is}$ ——标气中被测组分  $i$  的峰面积。

## 9 结果报告

取两次测定结果的算术平均值, 结果保留 3 位有效数字。

---