

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА НА ПРОЦЕСС ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ГЕКСАФТОРИДА СЕРЫ НА ОСНОВЕ ПГС**

*А.О. УШАКОВ<sup>1,2</sup>, В.М. ИЛЕКИС<sup>2</sup>, А.В. МУСЛИМОВА<sup>2</sup>, П.Б. МОЛОКОВ<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
634034, г.Томск, пр. Ленина, 30

<sup>2</sup>Северский технологический институт Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ», 636036, г.Северск, Томской обл., пр. Коммунистический, 65,  
E-mail: [1alexander6@mail.ru](mailto:1alexander6@mail.ru)

В настоящее время одним из уникальных компонентов, используемых при разработке и конструировании высоковольтных распределительных устройств, является гексафторид серы ( $\text{SF}_6$ ), именуемый также как «элегаз». Это обусловлено широким спектром положительных качеств, которыми обладает оборудование, в основе которого лежит применение элегаза. Среди них компактность, малозумность, защищенность от потенциальных контактов с токопроводящими частями, пожаробезопасность, высокая устойчивость к внешним условиям. Возможность применения элегаза во внутренней изоляции трансформаторов обусловлена улучшением ее качественных характеристик, включая повышенную теплоотдачу, негорючесть, нетоксичность, легкий вес оборудования [1].

В процессе производства и эксплуатации оборудования, в основе которого лежит использование элегаза, необходимо проводить тщательный аналитический контроль по основному компоненту, так как элегаз, выпускаемый предприятиями химической промышленности, может содержать примеси, оказывающие негативное влияние на процесс при их присутствии. В качестве примера можно привести тетрафторид углерода, избыточное присутствие которого приводит к понижению общей электрической прочности товарного элегаза.

Учитывая особенности эксплуатации и изготовления оборудования с элегазом, одним из оптимальных решений при проведении аналитического контроля выступает метод газовой хроматографии (ГХ). Использование метода ГХ позволяет разделить и идентифицировать различные компоненты смеси газов. Одним из ключевых аспектов в газовой хроматографии является определение оптимального температурного режима и его влияния на процесс разделения компонентов в составе поверочной газовой смеси (ПГС). Правильно подобранный температурный режим позволяет достичь лучшего разделения компонентов смеси газов, так как различные газы имеют разные температуры кипения, что обуславливает их разные скорости движения по колонке [2, 3]. Широкий спектр ранее проведенных исследований [4, 5, 6] также показал, что повышение температуры колонки способствует уменьшению времени удерживания, приводя к сокращению общего времени анализа. Данное наблюдение объясняется уменьшением коэффициента распределения с ростом температуры.

Настоящая работы проведена в рамках создания и организации новой молодежной лаборатории физико-химических методов анализа высокочистых фторсодержащих газов для электроники и интегральной фотоники в Северском технологическом институте Национального ядерного университета «МИФИ» при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ. В связи с этим, одной из целей настоящей работы, была апробация метода ГХ применительно к анализу газообразных фторидов. В ходе проведенной работы было исследовано влияние, которое оказывает изменение температурного режима колонок на процесс хроматографического разделения газовой смеси, имеющей в своем составе такие газы, как тетрафторметан ( $\text{CF}_4$ ), оксид диазота ( $\text{N}_2\text{O}$ ) и гексафторид серы ( $\text{SF}_6$ ).

Работы проводились с использованием газового хроматографа «Кристалл 5000.2» с функцией автоматического ввода пробы и дополнительным модулем в виде захолаживающего устройства.

## Секция 2. Функциональные материалы

Для исследований применялась капиллярная колонка типа CR-Q-BOND PLOT 30 м \* 0,53 мм \* 20 мкм (CR-Q) производства ЗАО СКБ «ХРОМАТЭК». При проведении экспериментов изменению подлежала только температура термообработки ПГС при прочих постоянных условиях эксперимента. В качестве газа носителя использовался гелий (He). Расход газа носителя составлял 7 мл/мин. Температура изменялась в диапазоне от -5°C до +40°C. Анализ производился с помощью пульсирующего разрядного детектора (ПРД). Объемные доли CF<sub>4</sub>, N<sub>2</sub>O и SF<sub>6</sub> составляли соответственно 74, 7 и 14,2 млн<sup>-1</sup> соответственно.

Результаты исследований приведены на рисунке 1 и в таблице 1.

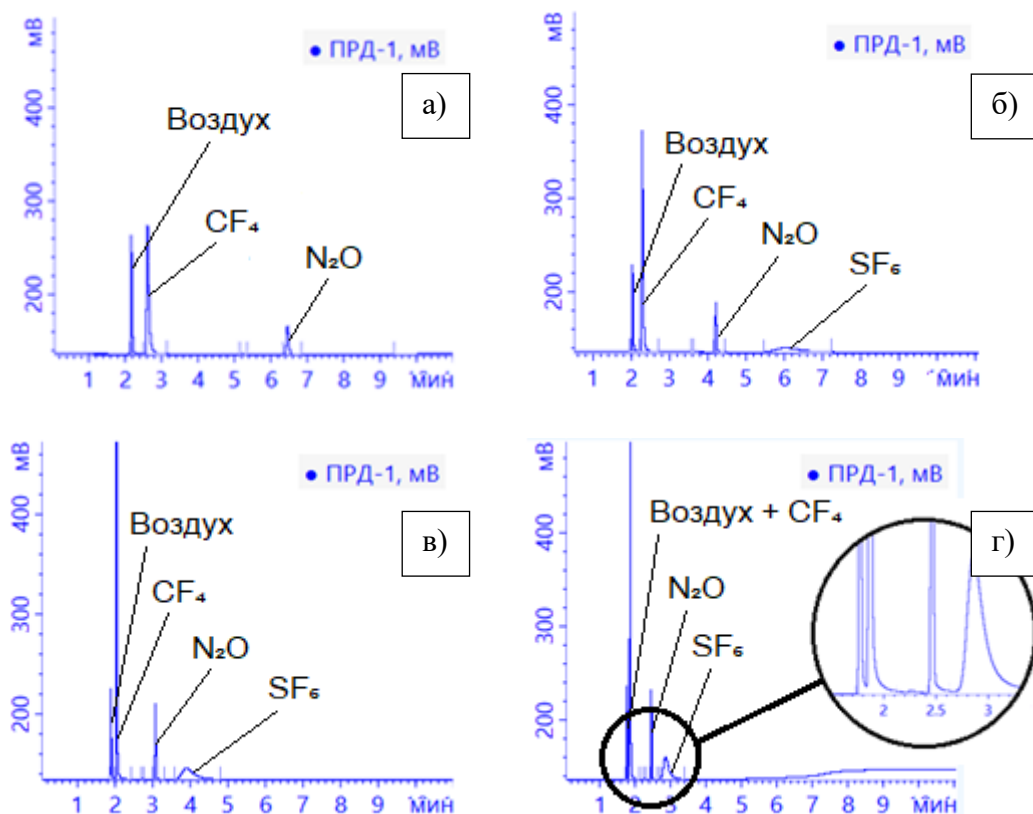


Рисунок 1 – Хроматограммы, снятые при различном температурном режиме на колонке CR-Q: а) -5°C; б) 10°C; в) 25°C г) 40°C

Таблица 1 – Характеристики хроматограмм, полученных на колонке CR-Q

Компонент	Параметр	t, °C									
		-5	0	5	10	15	20	25	30	40	
CF <sub>4</sub>	τ <sub>уд.</sub> , мин	2,62	2,49	2,39	2,29	2,19	2,12	2,04	1,97	1,87	
	h, мВ	137,49	176,77	200,34	236,78	273,52	305,52	341,90	371,24	416,30	
SF <sub>6</sub>	τ <sub>уд.</sub> , мин	10,69	8,707	7,23	6,02	5,15	4,46	3,90	3,47	2,86	
	h, мВ	1,72	2,35	3,23	4,36	6,21	8,04	10,90	14,41	24,03	
N <sub>2</sub> O	τ <sub>уд.</sub> , мин	6,46	5,51	4,81	4,21	3,75	3,39	3,07	2,83	2,46	
	h, мВ	31,06	38,74	44,60	52,41	60,77	67,85	76,44	83,65	95,62	

Анализ результатов хроматографического анализа позволяет сделать вывод о том, что с увеличением температуры происходит сдвиг времени удерживания в сторону его уменьшения, что потенциально позволяет сократить время проводимого анализа в подобных условиях. Исходя из полученных данных, можно сделать вывод, что при пониженных температурах качественное определение SF<sub>6</sub> в исследуемом диапазоне концентраций затруднительно, а хроматографический пик в явном виде отсутствует. Наиболее четкое и идентифицируемое отображение хроматографического пика SF<sub>6</sub> наблюдается при повышении температуры до +30°C и выше. Однако, стоит отметить, что при дальнейшем повышении температуры

понижится разделяемость компонентов воздуха и тетрафторметана, что можно наблюдать на примере полученных экспериментальных данных, представленных на рисунке 1. Данная особенность вызвана различной динамикой изменения времени удерживания при варьировании температурными диапазонами, что отображено на рисунке 2.

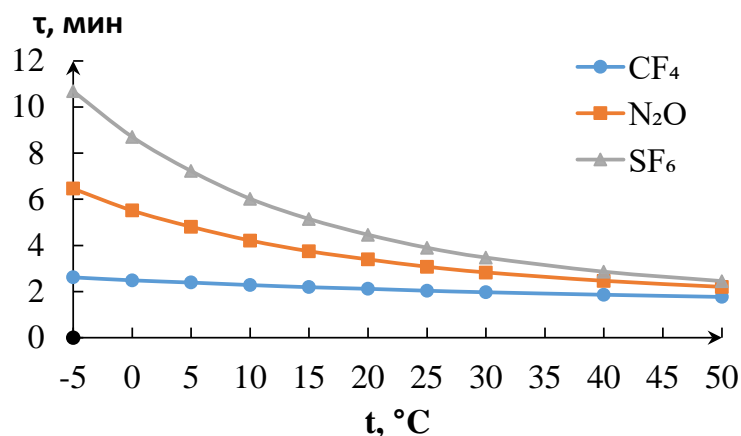


Рисунок 2 – Зависимость времени удерживания от температуры

Приведенный график зависимости изменения времени удерживания от температурного режима позволяет сделать вывод о том, что в данных условиях эксперимента SF<sub>6</sub> подвержен наибольшему влиянию температуры при проведении хроматографического разделения методом ГХ.

Полученные результаты анализа подтвердили общую тенденцию по снижению времени удерживания компонентов в составе газовой смеси при повышении температуры в процессе анализа, что потенциально позволяет сократить общее время анализа. В лабораторных условиях апробирована и подтверждена возможность осуществления хроматографического разделения фторсодержащих газов.

В ходе проведенных исследований установлено, что температурный режим оказывает весомое влияние на процесс хроматографического разделения газов при проведении анализа методом ГХ. Полученные данные позволяют подобрать наиболее оптимальный режим анализа в подобных условиях эксперимента. Необходимы дальнейшие эксперименты для изучения конкретных температурных диапазонов, которые дают наилучшие результаты для каждого соединения, а также исследование в направлении расширения влияющих факторов помимо температуры.

*Работа выполнена в рамках Госзадания (проект FSWU-2022-0020) при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ.*

### Список литературы

1. Зацаринная Ю.Н., Нурмеев Т.А. Преимущества эксплуатации комплектных распределительных устройств с элегазовой изоляцией // Вестник Казанского технологического университета. 2014. – Т. 17, № 22.– С. 129 – 130.
2. Берёзкин В.Г. Роль газа-носителя в газо-жидкостной хроматографии // Российский химический журнал, – 2003. – Т. 47. – С. 35 – 43.
3. Другов Ю.С., Родин А.А. Газохроматографическая идентификация загрязнения воздуха, воды и почвы. Практическое руководство. СПб.: ТЕЗА, 1999. – 624 с.
4. Руководство по газовой хроматографии // Пер. с нем. под ред. А.А. Жуховицкого – М.: Мир, 1969. – 503 с.
5. Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А.Я. Газовая хроматография. Москва: РосКонсульт, 2009.– 528 с.
6. Конюхов В.Ю. Хроматография. Санкт-Петербург: Лань, 2012. – 224 с.