

前 言

气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的测定为检验方法标准,它包括三个独立的部分:第1部分:气体中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的测定 气相色谱法(GB/T 8984.1—1997)、第2部分:气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物总含量的测定 气相色谱法(GB/T 8984.2—1997)、第3部分:气体中总烃的测定 火焰离子化法(GB/T 8984.3—1997),这三个部分是对 GB/T 8984—88、GB/T 8985—88 及 GB/T 14606—93 进行修订而成的测定气体中含碳化合物的系列标准。

本标准第3部分:气体中总烃的测定 火焰离子化法(GB/T 8984.3—1997),是对 GB/T 14606—93《气体中总烃的测定 火焰离子化检测法》的修订。修订时保留了原标准中的主要内容,但将原标准中第4章氢气中总烃的测定与第5章氨、氫、氮、氩和氙气中总烃的测定进行了合并处理,并对有些色谱条件进行了调整。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 14606—93。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部西南化工研究院归口。

本标准起草单位:化工部西南化工研究院。

本标准主要起草人:戴培述。

中华人民共和国国家标准

气体中一氧化碳、二氧化碳和 碳氢化合物的测定 第3部分：气体中总烃的测定 火焰离子化法

GB/T 8984.3—1997

代替 GB/T 14606—93

Determination of carbon monoxide, carbon
dioxide and hydrocarbon in the gases—
Part 3: Determination of total hydrocarbon
in gases—Flame ionization method

1 范围

本标准规定了气体中总烃含量的火焰离子化测定方法。

本标准适用于氢、氧、氮、氩、氙、氪和氙等气体中总烃含量的测定。氧气中检测限为 0.5×10^{-6} (V/V), 其余气体中检测限为 0.1×10^{-6} (V/V)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。这些标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3723—83 工业用化学产品采样的安全通则

GB/T 6680—86 液体化工产品采样通则

GB/T 6681—86 气体化工产品采样通则

3 氧气中总烃的测定

3.1 方法提要

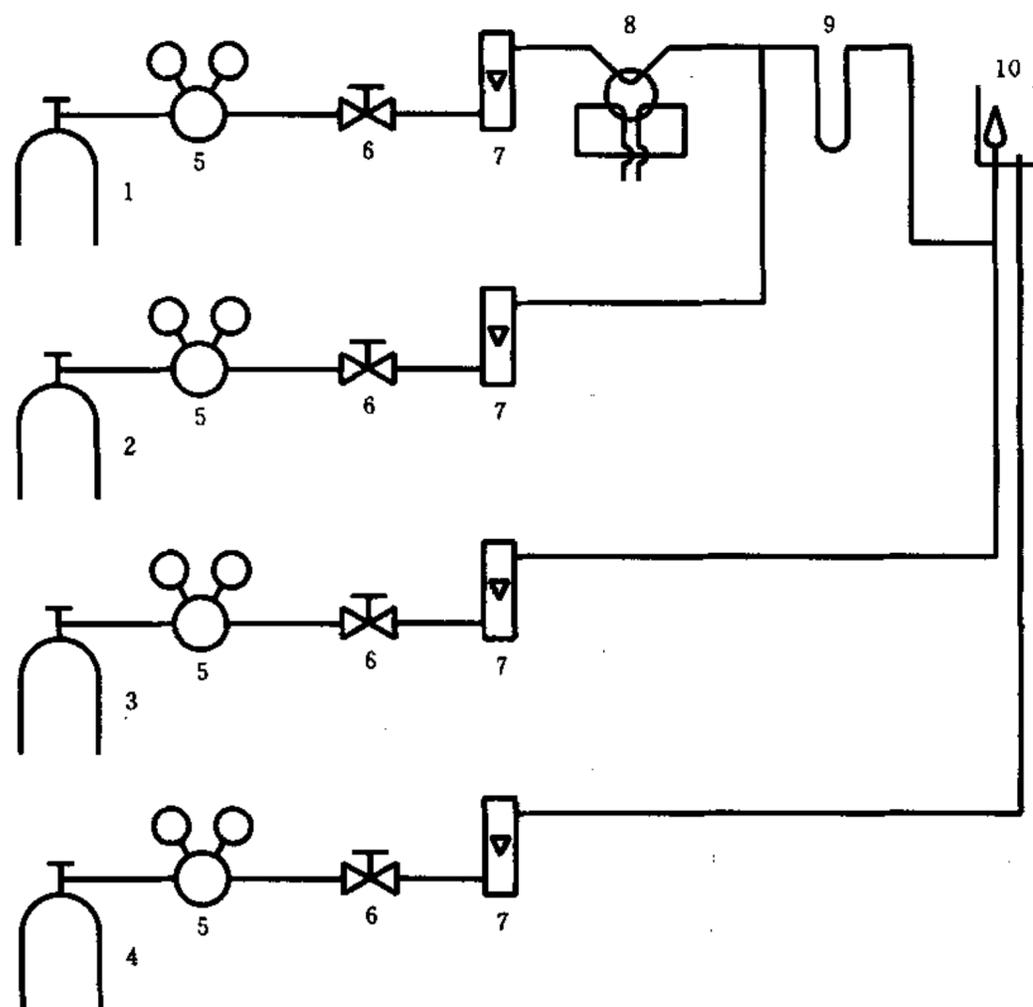
氧气中总烃的测定是用小流量氧气作载气, 氮作稀释气, 排除用其他气体作载气时氧所产生的信号峰干扰。样品气通过只起阻力作用的柱子而不分离, 随后进入火焰离子化检测器进行测定, 所有烃类只出一个色谱峰, 分析结果以甲烷计。

3.2 仪器

采用带有火焰离子化检测器的气相色谱仪, 其检测限应符合本标准的要求。

3.2.1 气路系统

气路流程图如图 1。



1—氧气瓶；2—氮气瓶；3—氢气瓶；4—空气瓶；5—减压阀；6—针形阀；7—流量计；
8—具有定量管的六通阀；9—色谱柱；10—火焰离子化检测器

图1 氧气中总烃的测定气路流程图

- 3.2.1.1 载气：高纯氧，其中总烃含量应比样品气中总烃含量约低一个数量级，否则应净化。
- 3.2.1.2 稀释气：高纯氮、要求同 3.2.1.1。
- 3.2.1.3 燃气：高纯氢。
- 3.2.1.4 助燃气：压缩干燥空气。
- 3.2.1.5 纯化载气氧的净化柱：长 20 cm，内径 4 mm，把相对于载体 0.3% 的铂、钨混合物载附于 γ -氧化铝载体上，在 350℃ 下使用。
- 3.2.2 进样系统：带有定量管的六通阀进样。
- 3.2.3 色谱柱：不锈钢柱或聚四氟乙烯柱，长 1 m，内径 2 mm，内装能起阻力作用的物质，如粒度为 200 μm ~250 μm 的 6201 红色载体，硅烷化玻璃微球载体，或等效的色谱柱。
- 3.3 测定前的准备工作
- 3.3.1 按图 1 所示接好气路系统，在检测器前用皂膜流量计分别校正氧、氮、氢和空气的流量，作出转子高度-流量曲线。校正其中一种气体的流量时，关闭其余气体的针形阀。
- 3.3.2 气体参考流量：
- 载气氧：4.8 mL/min~10 mL/min；
- 稀释气氮：20 mL/min~60 mL/min；
- 燃气氢：33 mL/min~60 mL/min；
- 助燃空气：380 mL/min~400 mL/min。
- 注：要特别注意氧气流量，初次操作时应从低慢慢升高，点火后注意观察，离子头不应发红，不适当的氧气流量会烧坏离子头。
- 3.3.3 按仪器使用说明书开启仪器，并严格试漏，以保证气密性。
- 3.3.4 按顺序开启氮气、氧气、空气和氢气，并调节流量。将柱温控制在约 60℃，检测器温度控制在约

100℃。

3.3.5 进标准样或空气,用加入甲烷或天然气的方法确定信号和总烃峰在色谱图上的位置。

3.3.6 调整氢、氧和氮气的流量控制噪音水平在允许限度内,使其峰高能满足分析要求。

3.4 测定步骤

3.4.1 采样

3.4.1.1 采样中的安全事项应符合 GB/T 3723 中的规定。

3.4.1.2 气态样品的采样原则应符合 GB/T 6681 中的规定。

3.4.1.3 液态样品的采样原则应符合 GB/T 6680 中的规定。

3.4.1.4 压缩气体的采样必须使用耐压针形阀,样品气经金属连接管直接进入分析仪器。液态样品应从液相采样,将所采样品汽化后再送入分析仪器。

3.4.1.5 管道中气体的采样应使用尽可能短的金属连接管经阀门调节流量后直接送入分析仪器。

3.4.1.6 常压或负压样品采用抽吸器将样品直接送入分析仪器。

3.5 定量方法

采用外标法定量。标准气应使用由国家标准化行政主管部门认可、批准的气体。

3.5.1 标准气:以氧作补充气其中甲烷含量为 $5 \times 10^{-6} \sim 10 \times 10^{-6} (V/V)$ 或与样品气中总烃含量接近。通过带有定量管的六通阀,在符合规定的操作条件下进样,待峰出完后,量取峰面积(或峰高),作为外标的定量标准。

3.5.2 样品气:在符合规定的操作条件下,用带有定量管的六通阀进样,待峰出完后,量取峰面积(或峰高)。

4 氢、氮、氧、氟、氩、氦和氙等气体中总烃的测定

4.1 方法提要

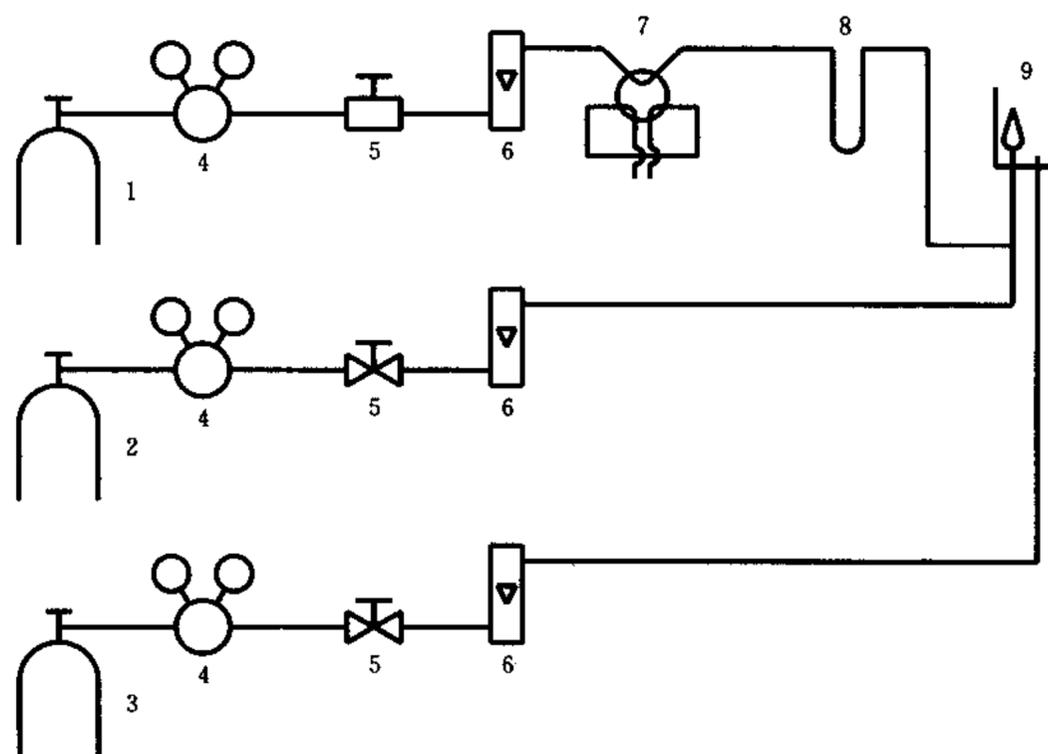
采用火焰离子化气相色谱法气路系统,色谱柱只起阻力作用,不起分离作用,各种烃在记录仪上只出一个峰。为了避免信号峰的干扰,测定氢中总烃时,用氢作载气同时作燃气,氮作稀释气,测定氮中总烃时用氮作载气,测定其余气体中总烃时均可用氮或氩作载气。分析结果以甲烷计。

4.2 仪器

采用带有火焰离子化检测器的气相色谱仪,其检测限应符合本标准的要求。

4.2.1 气路系统

气路流程图如图 2。



1—载气瓶；2—氢气瓶；3—空气瓶；4—减压阀；5—针形阀；6—流量计；
7—具有定量管的六通阀；8—色谱柱；9—火焰离子化检测器

图 2 氢、氮、氩、氖、氦和氙气中总烃的测定气路流程图

- 4.2.1.1 载气：高纯氢或高纯氮（或氮或氩），其中总烃含量应比样品气中总烃含量约低一个数量级，否则应净化。
- 4.2.1.2 燃气：高纯氢，测定氢中总烃时为稀释气高纯氮，要求同 4.2.1.1。
- 4.2.1.3 助燃气：压缩干燥空气。
- 4.2.2 进样系统：带有定量管的六通阀进样。进样量为 3 mL。
- 4.2.3 色谱柱同 3.2.3。
- 4.3 测定前的准备工作
- 4.3.1 按图 2 所示接好气路系统，用皂膜流量计分别校正载气、燃气（或稀释气）和助燃气的流量。
- 4.3.2 气体参考流量
载气氢（或氮或其他气体）：55 mL/min~60 mL/min；
燃气氢（或稀释气氮）：40 mL/min~60 mL/min；
助燃空气：300 mL/min~450 mL/min。
- 4.3.3 按仪器使用说明书开启仪器，并严格试漏，以保证气密性。
- 4.3.4 按要求调节好各气体流量，将柱温和检测器温度控制在约 60℃。
- 4.4 测定步骤
同 3.4。
- 4.5 定量方法
- 4.5.1 标准气：采用与样品气种相同的气体作补充气，其中甲烷含量为 $2 \times 10^{-6} \sim 3 \times 10^{-6}$ (V/V) 或与样品气中总烃含量接近。
- 4.5.2 其余条款同 3.5。

5 测定及计算

- 5.1 取样：在符合规定的操作条件下，用带有定量管的六通阀进样。
- 5.2 计算：量取样品气中总烃的峰面积（或峰高），按下式计算其含量（以体积分数表示）：

$$\phi_i = \phi_s \times \frac{A_i \text{ (或 } h_i)}{A_s \text{ (或 } h_s)} \dots\dots\dots (1)$$

式中： ϕ_i ——样品气中总烃的含量， 10^{-6} ；
 ϕ_s ——标准气中总烃的含量， 10^{-6} ；
 A_i (或 h_i) ——样品气中总烃的峰面积 (或峰高)， mm^2 (或 mm)；
 A_s (或 h_s) ——标准气中总烃的峰面积 (或峰高)， mm^2 (或 mm)。

6 结果表示

6.1 分析结果

分析结果以两次平行测定结果的算术平均值作为最终分析结果，两次测定值之差应小于 6.2 中对重复性的规定。

6.2 重复性

按规定操作方法进行两次测定而计算出来的。当测定组分含量在 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$ (V/V) 范围时，相对偏差不大于 $\pm 10\%$ 。

7 报告

报告应包括下列内容：

- a) 样品名称；
 - b) 分析日期；
 - c) 所用方法的标准代号；
 - d) 分析结果：各组分在样品气中的含量；
 - e) 分析员姓名和审核者姓名。
-