

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),是对 GB/T 8985—88《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》的修订。修订时保留了原标准中的主要内容,但对原标准中使用的单位及色谱条件做了某些修正补充。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 8985—88。

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:化学工业部西南化工研究院。

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

Determination of carbon monoxide, carbon
dioxide and hydrocarbon in the gases—

代替 GB 8985—88

Part 2: Determination of total content
of carbon monoxide, carbon dioxide and
hydrocarbon in gases—

Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的总含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于氢、氮、氦、氖、氩、氪和氙气中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物总含量的测定。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 3394—93 工业用乙烯、丙烯中微量一氧化碳和二氧化碳的测定 气相色谱法

GB/T 3723—83 工业用化学产品采样的安全通则

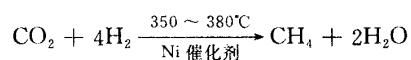
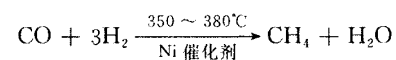
GB/T 6680—86 液体化工产品采样通则

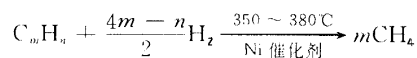
GB/T 6681—86 气体化工产品采样通则

3 方法原理

样品气通过甲烷化转化器,将一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物转化为甲烷,经色谱柱进入火焰离子化检测器进行测定。

反应方程式:





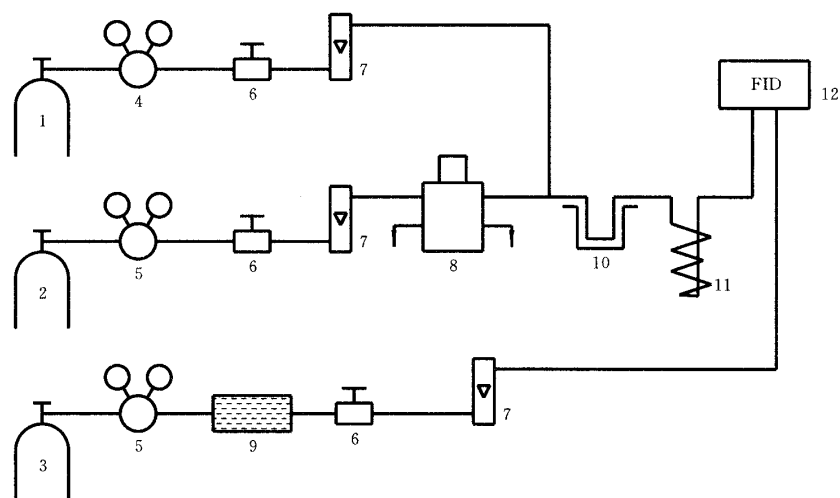
注：C_mH_n 为饱和烃或不饱和烃。

4 仪器

配有火焰离子化检测器和甲烷化转化器的气相色谱仪，其对各测定组分的检测限应符合本标准的要求。

4.1 气路系统

气路流程图如图 1。



1—氢气钢瓶；2—氧气钢瓶；3—空气钢瓶；4—氢气表；5—氧气表；6—稳压阀；7—流量计；8—具有定量管的六通阀；9—干燥净化管；10—甲烷化转化器；11—色谱柱；12—火焰离子化检测器

图 1 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物总含量的测定气路流程图

4.1.1 载气：氩或其他气体，其中所含样品气的测定组分含量比样品气中该组分的含量低一个数量级。对高纯气体分析，载气必须加纯化器，纯化结果不能影响测定。

4.1.2 燃气：氢气，纯度要求同 4.1.1。

4.1.3 助燃气：空气（压缩空气），经活性炭和分子筛净化。

4.2 进样系统

具有定量管的六通阀。

4.3 色谱柱

长约 40 cm，内径 2 mm，内装粒度为 0.4 mm~0.25 mm 的 TDX-01 碳分子筛的不锈钢柱，使用前，需通惰性气体在约 180℃ 的条件下活化 4 h，或等效的其他色谱柱。

4.4 甲烷化转化器

采用长 20 cm~30 cm，内径 3 mm，内装粒度为 0.4 mm~0.25 mm 的镍催化剂的不锈钢柱，在使用温度下转化率应不低于 95%。

4.5 镍催化剂的制备

参照 GB/T 3394 中的规定制备。

4.6 检测器

火焰离子化检测器，经检定其检测限应达到 10^{-11} g/s。

5 操作步骤

5.1 测定前的仪器准备

按仪器使用说明书开启仪器,并严格试漏,以保证气密性。

5.2 仪器温度调整

柱温:约 40℃;

检测器温度:100℃±2℃;

甲烷转化器温度:350℃~380℃。

5.3 气体流量

载气:氩或其他气体,35 mL/min;

燃气:纯氢,35 mL/min;

助燃气:空气,400 mL/min~500 mL/min。

注:使用者可以根据不同分析对象,在不增大测量误差的前提下,允许修改 5.2 及 5.3 条。

5.4 采样

5.4.1 采样中的安全事项应符合 GB/T 3723 中的规定。

5.4.2 气态样品的采样原则及一般规定应符合 GB/T 6681 中的规定。

5.4.3 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送入分析仪器。

5.4.4 液化气体的采样应符合 GB/T 6680 中的规定,将所采样品汽化后直接送入分析仪器。

5.4.5 管道中气体的采样应使用尽可能短的金属连接管将样品直接送入分析仪器。

5.4.6 常压或负压样品采用抽吸器将样品直接送入分析仪器。

5.5 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。

标准气的补充气应与测定样品气的主组分相同。

标准气应选用与样品气中测定组分的含量大致相当的混合气为标准气,用具有定量管的六通阀,在符合规定的操作条件下进样,待测定组分峰出完后,量取峰面积(或峰高)作为外标的定量标准,取两次平行测定结果的算术平均值作为测定值。

5.6 测定及计算

5.6.1 取样:在符合规定的操作条件下,用具有定量管的六通阀进样。

5.6.2 计算:量取样品气中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物总含量的峰面积(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 —— 样品气中测定组分的含量,10⁻⁶;

ϕ_s —— 标准气中测定组分的含量,10⁻⁶;

$A_i(\text{或 } h_i)$ —— 样品气中测定组分的峰面积(或峰高),mm²(或 mm);

$A_s(\text{或 } h_s)$ —— 标准气中测定组分的峰面积(或峰高),mm²(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。
-