



中华人民共和国国家标准

GB/T 28124—2011

惰性气体中微量氢、氧、甲烷、一氧化碳的 测定 气相色谱法

*Determination of trace hydrogen, oxygen, methane and carbon monoxide
in the inert gases—Gas chromatographic method*

2011-12-30 发布

2012-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国气体标准化技术委员会(SAC/TC 206)归口。

本标准起草单位:西南化工研究设计院、上海华爱色谱分析技术有限公司、福州市产品质量检验所。

本标准主要起草人:何道善、方华、李建浩、陈榕、陈雅丽。

惰性气体中微量氢、氧、甲烷、一氧化碳的 测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了用氧化锆检测器气相色谱法测定惰性气体中微量氢、氧、甲烷、一氧化碳的测定方法。

本标准适用于氮气、氩气、氦气、氖气、氪气、氙气等惰性气体中微量氢、氧、甲烷和一氧化碳含量的测定。测定范围： $(0\sim 20)\times 10^{-6}$ （体积分数）。

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。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

3 方法提要

采用氧化锆固体电池作为气相色谱的检测器。样品气中被测组分氢、氧、甲烷、一氧化碳经色谱柱分离后进入检测器，产生相应的色谱响应信号，外标法定量。

4 仪器、材料

4.1 仪器

带有氧化锆检测器的气相色谱仪。检测限： 0.05×10^{-6} （体积分数）。

4.2 载气

使用惰性气体作载气。载气中被测组分的含量应比样品气体中待测组分含量低约一个数量级，当不符合该要求时，应使用载气纯化器。

通常，选择载气与试样主成分相同，也可选择不干扰测定的其他气体作载气，例如：分析氮气、氦气、氩气时，可选择氮气或氩气作载气。

4.3 色谱柱

色谱柱长约 3 m、内径 2 mm，不锈钢柱，内装 0.25 mm~0.40 mm 的 13X 分子筛。

允许采用其他等效色谱柱。

4.4 标准样品

标准样品的稀释气与待测试样主成分相同，各组分含量（体积分数）与待测试样相近，通常为

$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$ 。

5 采样

采样中的安全事项应符合 GB/T 3723 的规定。

气体样品的采样原则及一般规定应符合 GB/T 6681 的规定。

液化气体的采样原则及一般规定应符合 GB/T 6680 的规定。

压缩气体、瓶装气体的采样应使用减压针形阀,经金属取样管与仪器取样阀连接,用升/降压方法置换采样系统至少 3 次,取得代表样后,切换取样阀将试样送入仪器。

管道气体的采样,从取样口到仪器间的金属连接管应尽可能短,必要时应在取样口安装防扩散的减压阀或稳压阀。

6 测定步骤

6.1 准备

按照仪器使用说明书启动仪器,根据分析要求设定各项操作参数,直至仪器工作正常。

6.2 标定

将标准样品经金属采样管与仪器连接。开启试样充分吹扫取样系统直至取得代表样后,切换取样阀进样。测量仪器响应值(峰面积或峰高)。重复进样至少 2 次,直至响应值相对偏差小于 5%时取其平均值 A_s 。

6.3 确认检测限

6.3.1 在标定条件下测量仪器噪声 N 。

6.3.2 按式(1)计算仪器的检测限:

$$D_i = \frac{2N \cdot \varphi_s}{h_s} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

D_i ——组分 i 的检测限(体积分数), 10^{-6} ;

N ——标定条件下仪器噪声,单位为毫米(mm)或毫伏(mV);

φ_s ——标准样品中组分 i 的含量(体积分数), 10^{-6} ;

h_s ——标定条件下标准样品中组分 i 的响应值(峰高),单位为毫米(mm)或毫伏(mV)。

6.4 测定

在与标定完全相同的条件下相继进行试样的测定。

将样品气经金属取样管与仪器连接。开启试样充分吹扫取样系统直至取得代表样后,切换取样阀向仪器进样。测量仪器响应值(峰面积或峰高)。重复进样至少 2 次,直至响应值相对偏差小于 5%时取其平均值 A_i 。

7 结果处理

7.1 组分含量按式(2)计算:

$$\varphi_i = \varphi_s \frac{A_i}{A_s} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- φ_i ——样品气中组分 i 的含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_s ——标准样品中组分 i 的含量(体积分数), 10^{-6} ;
- A_i ——样品中组分 i 的响应平均值(峰面积或峰高);
- A_s ——标准样品中组分 i 的响应平均值(峰面积或峰高)。

7.2 以两次平行测定结果的算术平均值作为最终分析结果。两次测定值相对偏差应不大于 5%。

8 报告

报告至少应包括下列内容：

- 有关样品的全部信息,例如样品的名称、编号、采样点、采样日期和时间等;
 - 分析结果:以体积分数表示的各测定组分在试样中的含量;
 - 分析日期;
 - 分析员姓名和审核者姓名;
 - 测定条件及测定时观察到的异常及说明;
 - 不包括在本标准中的其他操作及其说明;
 - 执行的标准编号。
-