



中华人民共和国国家标准

GB/T 3393—2009
代替 GB/T 3393—1993

WE
CHEM
The value of chemical performance

工业用乙烯、丙烯中微量氢的测定 气相色谱法

Ethylene and propylene for industrial use—
Determination of trace hydrogen—
Gas chromatographic method

上海众
TEL: 19512203447

2009-10-30 发布

2010-06-01 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

本标准与 ASTM D2504:1988(2004)《气相色谱法分析 C₂ 和轻烃产品中不凝气的标准试验方法》(英文版)的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 3393—1993《工业用乙烯、丙烯中微量氢的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 3393—1993 相比主要变化如下：

- 增加了 PoraPak Q 填充柱、PLOT/Q 毛细管柱的色谱条件及色谱图；
- 修改了标样配制内容，增加了标样配制用气体的有关要求；
- 增加了用于进样和反吹控制的阀路连接图；
- 删除了有机载体 407 填充柱及其色谱条件；
- 增加了 7.3 注对液态丙烯的气化控制进行补充说明。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本标准主要起草人：李薇、乔林祥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3393—1982、GB/T 3393—1993。

工业用乙烯、丙烯中微量氢的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定工业用乙烯、丙烯中微量氢的含量。

本标准适用于工业用乙烯、丙烯中浓度不低于 1 mL/m^3 (填充柱) 或 2 mL/m^3 (毛细管柱) 氢含量的测定。

本标准并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施, 保证符合国家有关法规的规定。

规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件, 其随后所有修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准, 然而, 鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本标准。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13289 工业用乙烯液态和气态采样法(GB/T 13289—1991, neq ISO 7382:1986)

GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯液态采样法(GB/T 13290—1991, neq ISO 8563:1987)

方法提要

在本标准规定的条件下, 气体(或液体气化后)试样通过进样装置被载气带入色谱柱。使氢气与其组分分离, 用热导检测器检测。记录氢气的峰面积, 采用外标法定量。

试剂与材料

4.1 载气

氮气, 纯度(体积分数) $\geq 99.99\%$, 经硅胶及 $5 \text{ \AA}$ 分子筛干燥, 净化。

4.2 制备标样用气体

乙烯: 纯度(体积分数) 不小于 99.95% , 氢含量不大于 1 mL/m^3 。

氮气: 纯度(体积分数) 不小于 99.999% , 氢含量不大于 1 mL/m^3 。

氢气: 纯度(体积分数) 不小于 99.99% 。

4.3 标样

氢标样可由市场购买有证标样或自行制备, 底气为氮气或乙烯(4.2), 底气中氢含量应不大于 1 mL/m^3 , 否则应予以修正。标样中氢的含量应与待测试样相近。

5 仪器

5.1 气相色谱仪

配置带有气体进样阀(定量管容积 $1 \text{ mL} \sim 3 \text{ mL}$)、反吹系统和热导检测器(TCD)的气相色谱仪。该仪器对本标准所规定的最低测定浓度下的氢所产生的峰高应至少大于噪声的两倍。气体进样反吹系统如图 1 所示。满足本标准分离和定量效果的其他进样和反吹装置也可使用。

5.2 色谱柱

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1,典型色谱图见图 2、图 3 及图 4,能给出同等分离和定量效果的其他色谱柱也可使用。

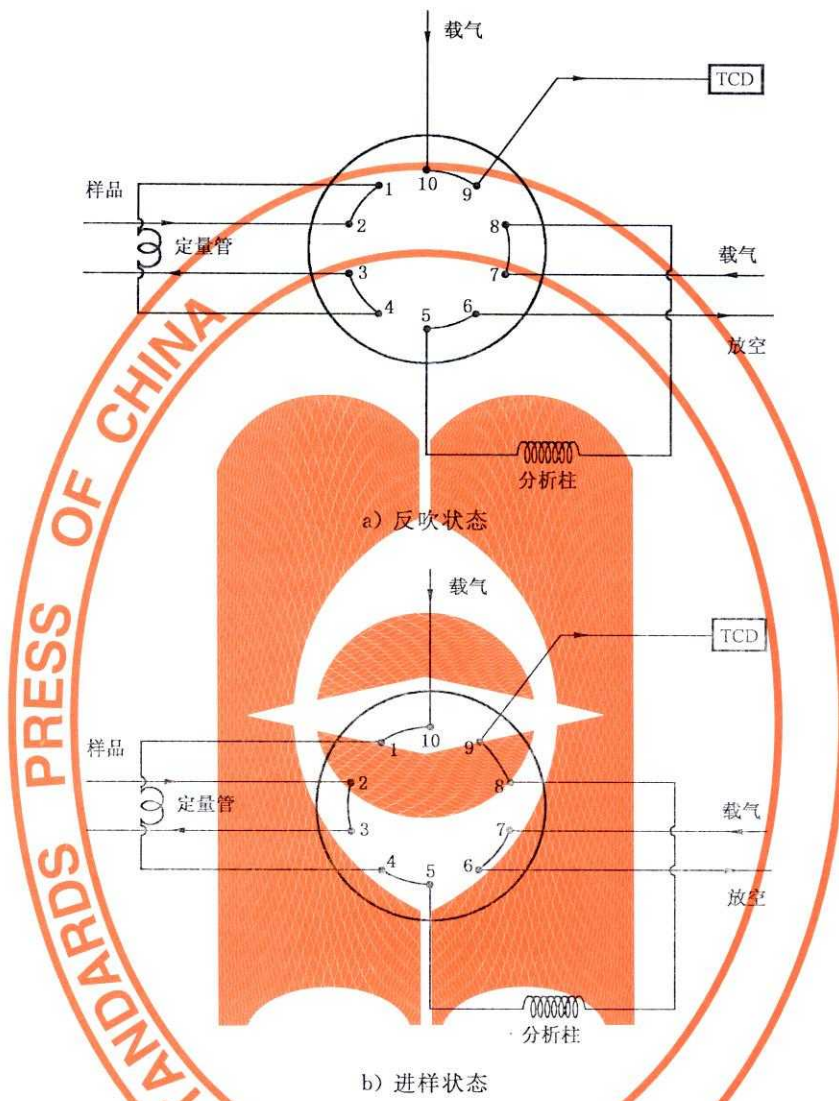


图 1 反吹及进样状态下的十通阀连接图

表 1 推荐的色谱柱及典型操作条件

色谱柱	TDX-01	PoraPak Q	PLOT/Q
柱长/m	1	1.8	30
柱内径/mm	2	3	0.53
液膜厚度/ μm	—	—	40
载气(N_2)流速/(mL/min)	20	15	6.0
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	50	50	35
进样器温度/ $^{\circ}\text{C}$	30	30	30
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	250	250	250
分流比	—	—	1:1
进样量/ mL	1~3		1

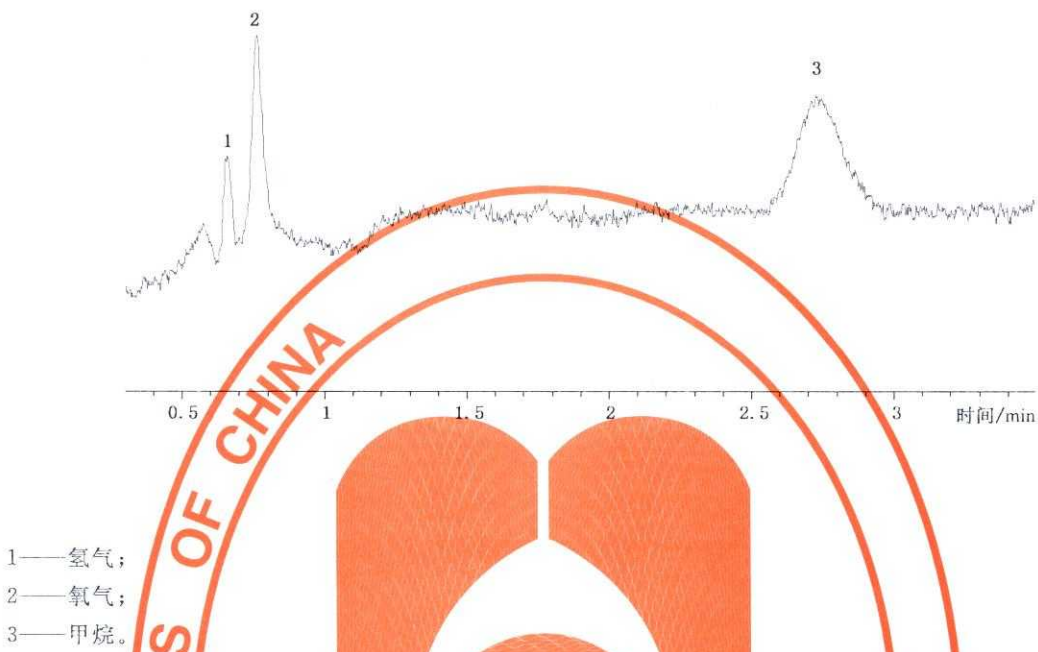


图 2 标样在 TDX-01 柱上的典型色谱图

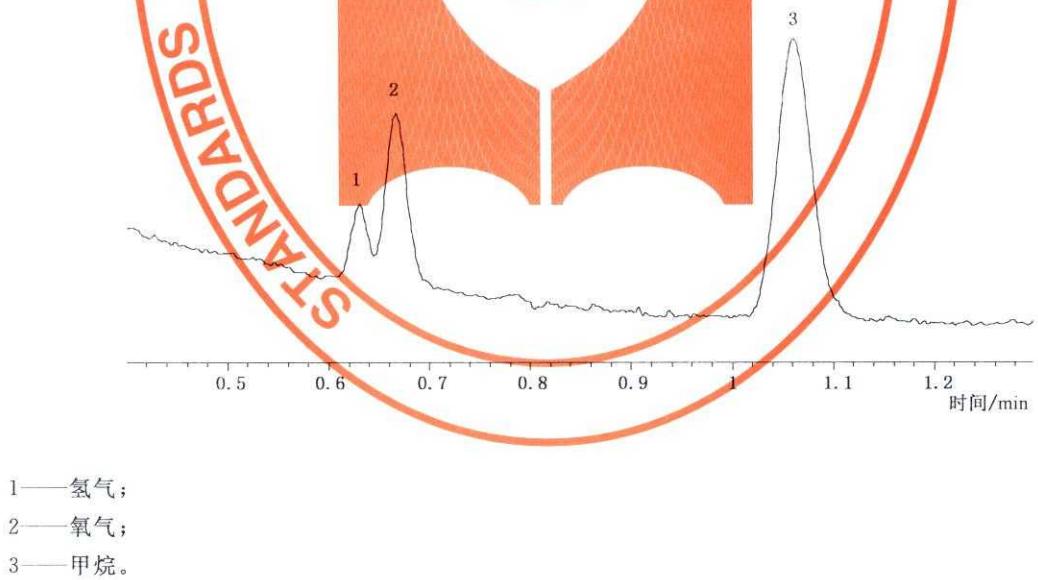
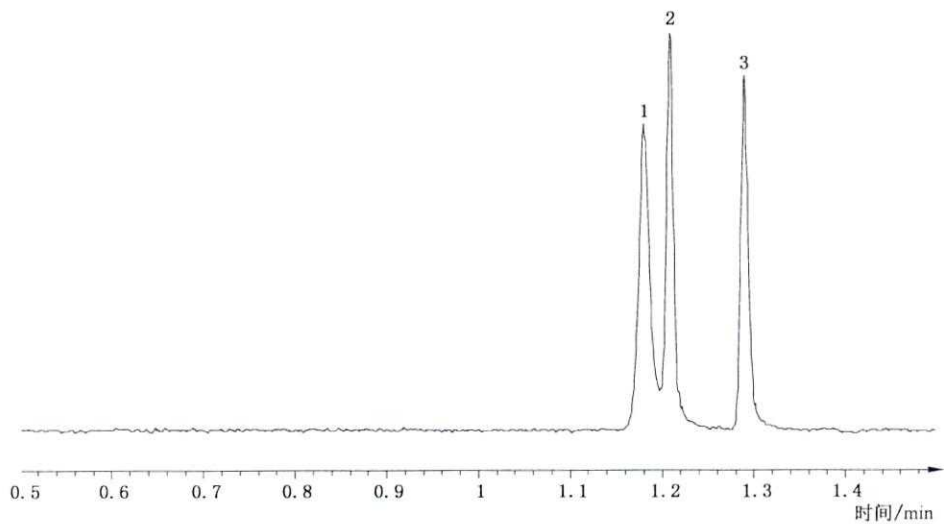


图 3 标样在 Porapak Q 柱上的典型色谱图



1——氢气；
2——氧气；
3——甲烷。

图 4 标样在 PLOT/Q 毛细管柱上的典型色谱图

5.3 记录装置

积分仪或色谱工作站。

5 采样

按 GB/T 13289、GB /T 13290 和 GB/T 3723 规定的安全与技术要求采取样品。

7 测定步骤

7.1 设定操作条件

根据仪器操作说明书,在色谱仪中安装并老化色谱柱。然后调节仪器至表 1 所示的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。

7.2 校正

用气体进样阀,在规定的条件下向色谱仪注入 1 mL~3 mL 标样,待甲烷流出后切换反吹阀,重复测定两次,计算氢的平均峰面积或峰高,作为定量计算的依据。两次重复测定的峰面积或峰高之差应不大于其平均值的 5%。

7.3 试样测定

取与标准气样相同体积的气体试样,用气体进样阀注入色谱仪,重复测定两次,记录并测得氢的峰面积或峰高,并与外标样进行比较。

注:液态丙烯进样时应采取措施确保液态丙烯完全气化,可采用闪蒸进样器或水浴等方式进行气化。

8 分析结果的表述

8.1 计算

乙烯、丙烯中氢含量 φ_i 以毫升每立方米(mL/m^3)计,按式(1)计算:

$$\varphi_i = \varphi_s \times \frac{A_i}{A_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

φ_s ——标样中氢的含量,单位为毫升每立方米(mL/m^3) ;

A_s ——标样中氢的峰面积或峰高;

A_i ——试样中氢的峰面积或峰高。

8.2 结果的表示

8.2.1 对于任一试样,分析结果的数值修约按 GB/T 8170 规定进行,并以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果。

8.2.2 报告氢的含量,应精确至 1 mL/m³。

9 精密度

9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果,对氢含量为 5 mL/m³~20 mL/m³ 的试样,其绝对差值不大于其平均值的 10%,以大于其平均值 10%的情况不超过 5%为前提。

9.2 再现性

在两个不同实验室,由不同操作员,用不同仪器和设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两个测试结果,对氢含量为 5 mL/m³~20 mL/m³ 的试样,其绝对差值不大于其平均值的 30%,以大于其平均值 30%的情况不超过 5%为前提。

试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 有关样品的全部资料,例如样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等;
- 本标准代号;
- 分析结果;
- 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明;
- 分析人员的姓名及分析日期等。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用乙烯、丙烯中微量氢的测定
气相色谱法

GB/T 3393—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

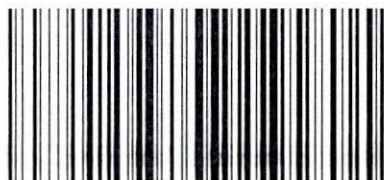
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-39430 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533



GB/T 3393—2009