

中华人民共和国国家标准

GB/T 28901—2012

焦炉煤气组分气相色谱分析方法

Analysis of coke-oven gas composition by gas chromatography

2012-11-05 发布

2013-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会炼焦化学分技术委员会(SAC/TC 469/SC 3)归口。

本标准起草单位:宁波钢铁有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:刘翠华、葛宜运、孙伟、张进莺、徐昱、曾立强。

焦炉煤气组分气相色谱分析方法

1 范围

本标准规定了焦炉煤气中主要常量组分的气相色谱分析方法。

本标准适用于炼焦生产的净煤气中氢气、氧气、一氧化碳、二氧化碳、氮气、甲烷、乙烯、乙烷、丙烯、丙烷等组分的测定。

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 4946 气相色谱法 术语

GB/T 5274 气体分析 校准用混合气体的制备 称量法

GB/T 9977 焦化产品术语

3 术语和定义

GB/T 4946 和 GB/T 9977 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

用带有热导检测器的气相色谱仪,通过气相色谱柱来分离试样中的组分,并通过积分仪或微处理机记下各组分的色谱峰峰面积数值。在相同操作条件下,采用外标法分析已知组分含量的标准气体,把测得的试样色谱峰峰面积与标准气色谱峰峰面积相比较,来计算各组分的含量。

5 仪器及材料

5.1 标准气

分析需要的标准气可采用国家二级标准物质或按 GB/T 5274 制备。

标准气的组分应处于均匀的气态。对于试样中浓度不大于 5% 的组分,标准气组分的浓度不应大于 10%,也不应低于试样中相应组分浓度的 50%。对于试样中浓度大于 5% 的组分,标准气组分的浓度不应低于试样中相应组分浓度的 50%,也不应大于试样中相应组分浓度的 50%。

可采用经过校验的注射器,用纯标准气体配制成与试样中组分尽可能接近的标准气。配制时,应保证其准确性。

5.2 气相色谱仪

带有双热导检测器、双气路的气相色谱仪。

5.3 典型色谱工作条件

典型色谱工作条件见表 1。

表 1 典型色谱工作条件

工作条件	A	B	C
检测器类型	热导检测器(TCD)		
载气	氮气(浓度 99.99%)	氮气(浓度 99.99%)	
色谱柱类型	分子筛填充柱,5A, 250 μm~180 μm (60 目~80 目)	分子筛填充柱,5A, 250 μm~180 μm (60 目~80 目)	有机载体填充柱,Porapak-Q, 300 μm~180 μm (50 目~80 目)
柱长/内径	填充柱,2 m~4 m/3 mm	填充柱,2 m~4 m/3 mm	填充柱,2 m~4 m/3 mm
进样量	1.0 mL		
气化室温度	100 ℃		
柱箱温度	室温~50 ℃		
检测器温度	100 ℃		
载气流量	20.0 mL/min~40.0 mL/min		
载气压力	0.05 MPa		
桥电流	80 mA(或仪器自动匹配)	140 mA(或仪器自动匹配)	
测定组分	H ₂	O ₂ ,N ₂ ,CH ₄ ,CO	CO ₂ ,C ₂ H ₄ ,C ₂ H ₆ ,C ₃ H ₆ ,C ₃ H ₈

允许根据实际情况适当调整变动。所选择的色谱工作条件应保证试样中的各组分都能被有效分离。凡能达到同等或更高分离效果的其他色谱工作条件均可使用。

各组分的出峰顺序见图 1~图 3。

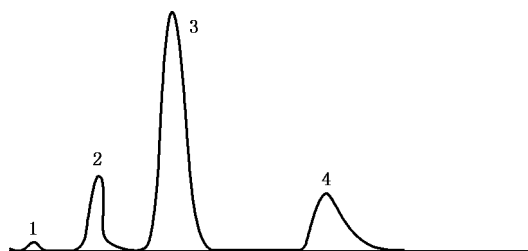


图 1 氢气组分典型色谱图



说明：
1——二氧化碳；
2——乙烯；
3——乙烷；
4——丙烯；
5——丙烷。

图 2 典型色谱图



说明:

- 1——氧气;
- 2——氮气;
- 3——甲烷;
- 4——一氧化碳。

图3 典型色谱图

利用热导池检测器进行定性分析。可把试样的色谱图同已知组分的标准气样的色谱图保留时间相比较来进行各色谱峰的组分定性。

6 取样

- 6.1 在煤气管道内,距管中心三分之一半径范围设置取样管。取样管位置应避开阀门、弯头和管径发生急速变化处 1.5 m 以上。
- 6.2 可采用玻璃注射器皿取样。也可采用聚乙烯、聚丙烯等橡皮袋取样。
- 6.3 取样前应排除取样管中余气。取样时至少用样气吹洗 3 次取样容器,取样后应尽快进行分析。
- 6.4 取样时注意不要带入外界空气。橡皮袋存放样气时间不宜超过 2 h。

7 分析方法

7.1 色谱柱的预处理

将填充好的色谱柱安装在色谱仪中,柱出口端暂勿与检测器连接。通小流量载气,分别在柱箱温度低于色谱柱最高使用温度 30 °C 以下,老化 4 h 以上,直至检测器的输出基线稳定。

7.2 测定步骤

7.2.1 启动气相色谱仪,待基线平稳后进行分析操作。

7.2.2 标准气的导入。

将标准气进行测定。应重复操作两次,其峰高或峰面积的相对偏差不应大于 1%,或其值重复性应符合表 2 要求。

7.2.3 试样的导入。

用测定标准气相同的条件,来进行试样的测定。应重复操作两次,其峰高或峰面积的相对偏差不应大于 1%,或其值重复性应符合表 2 的要求。

8 组分的定量

8.1 应使用标准气外标法分析测定试样中各组分的含量,各组分浓度按式(1)计算:

$$X'_i = \frac{A_i}{A_E} \times E_i \dots\dots\dots (1)$$

式中：
X'_i ——试样中组分*i*的体积分数，%；
A_i ——试样中组分*i*的色谱峰峰面积的数值；
E_i ——标准气组分*i*的摩尔分数，%；
A_E ——标准气组分*i*的色谱峰峰面积的数值。

8.2 由外标法式(1)计算出试样中各组分的计算含量后,再将各组分含量浓度进行归一化处理。其值可由式(2)计算。

$$X_i = \frac{X'_i}{\sum X'_i} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：
X_i ——试样中组分*i*的归一化计算含量的体积分数，%；
X'_i ——试样中组分*i*的计算含量的体积分数，%；
 $\sum X'_i$ ——试样中各组分的计算含量之和的体积分数，%。

若试样中各组分计算含量浓度总和在 97%~103%之外,则应检查仪器装置调试和分析操作上是否有重大错误,或是否存在有分析组分以外的其他组分被遗漏,需要细心地进行校验后重新进行分析。

9 精密度

重复性限*r*应符合表 2 的要求。

表 2 不同浓度范围的重复性限 %

组分含量(体积分数)	重复性限 <i>r</i> 不大于
≤1.00	0.17
1.01~5.00	0.20
5.01~25.00	0.40
>25.00	0.70

10 注意事项

- 10.1 为延长仪器寿命,需要关机时,应等各部件温度降至 100℃以下时才可关闭主机与气体。
- 10.2 非特殊情况时,不应拿掉检测器、柱箱的盖子。注意避免烫伤。
