



中华人民共和国国家标准

GB/T 10410—2008
代替 GB/T 10410.1—1989, GB/T 10410.3—1989

人工煤气和液化石油气 常量组分气相色谱分析法

Analysis of manufactured gas and liquefied petroleum gas
normal composition by gas chromatography

2008-08-07 发布

2009-04-01 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

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 标准气	2
6 人工煤气气相色谱分析	2
7 液化石油气气相色谱分析	5
8 组分的定量	8
9 精密度	9

前 言

本标准与日本标准 JIS K 2301—1992《燃料气及天然气分析、试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准同时代替 GB/T 10410.1—1989《人工煤气组分气相色谱分析法》和 GB/T 10410.3—1989《液化石油气组分气相色谱分析法》。

本标准与 GB/T 10410.1—1989 和 GB/T 10410.3—1989 主要技术内容的改变与差异如下：

——用惰性气体氮气取代氢气作为载气。

本标准由中华人民共和国住房和城乡建设部提出。

本标准由建设部城镇燃气标准技术归口单位中国市政工程华北设计研究院归口。

本标准起草单位：国家燃气用具质量监督检验中心、广州迪森家用锅炉制造有限公司、天津市燃气集团公司、重庆川仪总厂有限公司重庆川仪九厂、中国市政工程华北设计研究院。

本标准主要起草人：李文硕、楼英、金建平、刘念慈、孟庆祥、陈岚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 10410.1—1989；

——GB/T 10410.3—1989。

人工煤气和液化石油气 常量组分气相色谱分析法

1 范围

本标准规定了人工煤气和液化石油气中主要常量组分的气相色谱分析法。

本标准适用于 GB/T 13611、GB/T 13612 和 GB 11174 中规定的人工煤气和液化石油气。

2 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，其随后所有的修改单(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 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 11174 液化石油气

GB/T 13609 天然气取样导则

GB/T 13611 城镇燃气分类和基本特性

GB/T 13612 人工煤气

3 术语和定义

GB/T 4946 确立的术语和定义适用于本标准。

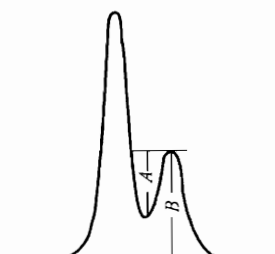
4 方法原理

4.1 用气相色谱仪，使用氦气和氮气做载气，通过气相色谱柱来分离试样中的主要常量组分，并在积分仪或微处理机上记下各组分的色谱峰峰面积数值。

在同样操作条件下，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数值与标准气色谱峰峰面积数值相比较来计算各组分的含量。

当试样中全部组分都显示出色谱峰时，也可采用校正面积归一法计算各组分的含量，但应验证其结果的准确性。

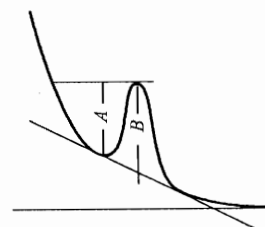
4.2 组分在色谱柱上的分离应符合下列要求：



A/B 比率的图例

A——两峰间峰谷深；

B——两相邻峰高于基线的较小峰的高。



对小组分峰 A/B 比率的图例

图 1 组分在色谱柱上的分离效果

当组分含量大于等于 5% 时, A/B 应大于 0.8; 组分含量小于 5% 时, A/B 应大于 0.4。在小组分相邻于大组分时, 取小峰的斜率作为基线。

5 标准气

5.1 一般要求

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。

对于氧和氮标准气, 稀释的干空气是一种适用的标准物。

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组分浓度的 50%, 也不应大于试样中相应组分浓度的 50%。

5.2 自行配制标准气

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浓度尽可能接近的标准气。配制时, 应保证其准确性。

连续三次配气, 其峰高差或峰面积差不应大于 1%, 应取三次峰值的平均值作为标准值。

氢标准气宜在使用前配制。

采用注射器配制标准气时, 应保证其准确性。

6 人工煤气气相色谱分析

人工煤气中主要有氢、氧、氮、一氧化碳、二氧化碳、甲烷、乙烯、乙烷、丙烯、丙烷等常量组分。

6.1 取样

6.1.1 取样位置

取样时应避开合流点附近, 应选择在流路的截面组分浓度基本均一的位置。取样前应排除取样管中的余气。

6.1.2 取样方法

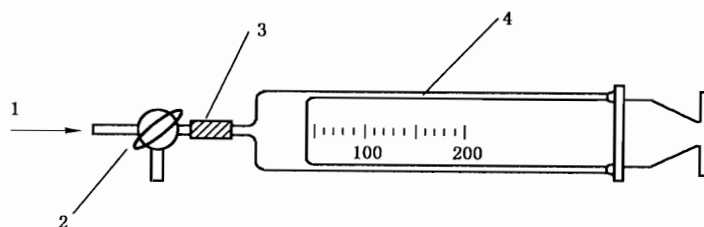
6.1.2.1 直接采取试样

根据实际情况, 当气源离分析装置距离较近时, 可以直接采取试样, 使试样通过取样管或导管直接进入气相色谱仪。

6.1.2.2 使用试样容器采取试样

6.1.2.2.1 应按 GB/T 13609 中的规定执行。

6.1.2.2.2 当气源离分析装置距离较近时, 并且取样后可立即分析, 可采用玻璃注射器取样法采取试样。可用图 2 所示的玻璃注射器, 通过内针管的抽吸, 把试样导入后取样。



- 1——试样;
- 2——三通旋塞;
- 3——塑料管;
- 4——100 mL 玻璃注射器。

图 2 玻璃注射器

6.1.2.2.3 当使用试样容器取样时,为防止试样组分发生变化,应尽快进行分析。

6.2 气相色谱仪

使用1~2台带有热导检测器的气相色谱仪,其中应有1台气相色谱仪为双气路。

6.3 典型色谱工作条件

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,在色谱图上,试样中各组分的色谱峰与相邻组分色谱峰的分度应满足定量要求。表1给出了分析人工煤气中组分的气相色谱典型工作条件。

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,浓度不低于99.99%	氮气,浓度不低于99.99%	
色谱柱类型	分子筛填充柱,5 A或13X, 0.23 mm~0.18 mm (60目~80目)	分子筛填充柱,5 A或 13X,0.23 mm~0.18 mm (60目~80目)	GDX-104或407等有机载体 填充柱,0.23 mm~ 0.18 mm(60目~80目)
柱长度/内径	1 m~2 m/3 mm~5 mm	1 m~2 m/3 mm~5 mm	2 m~4 m/3 mm~5 mm
气体六通阀进样量	进样量为1 mL		
汽化室温度	100 ℃		
柱箱温度	室温~40 ℃		
检测器温度	100 ℃		
载气流量	30 mL~60 mL/min		
分析组分	H ₂	O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO	C ₂ H ₄ , C ₂ H ₆ , CO ₂ , C ₃ H ₈ , C ₃ H ₆
注:也可采用能达到同等或更高分析效果的其他色谱工作条件。			

6.4 分析方法

6.4.1 标准气的导入

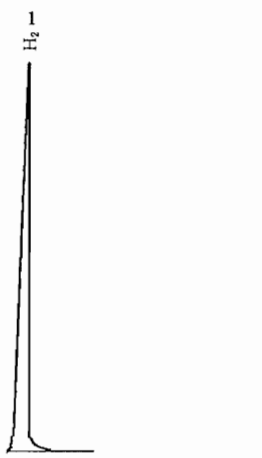
在进样定量管应采取标准气体,切换六通阀进样装置使之导入色谱柱,使记录器记录下色谱图,或使积分仪、微处理机等数据处理装置记录下色谱峰数据。应重复操作两次,两次峰高或峰面积的相对偏差不应大于1%,取两次重复性合格的数值的平均值作为标准值。

6.4.2 试样的导入

将试样容器或导管接到六通阀进样装置,应把试样通入进样定量管反复吹洗,然后切换六通阀进样装置使试样导入色谱柱,使记录器记录下色谱图,或使积分仪、微处理机等数据处理装置记录下色谱峰数据。应重复操作两次,两次峰高或峰面积的相对偏差不能大于1%,取两次重复性合格的数值的平均值作为分析值。

6.4.3 组分的定性

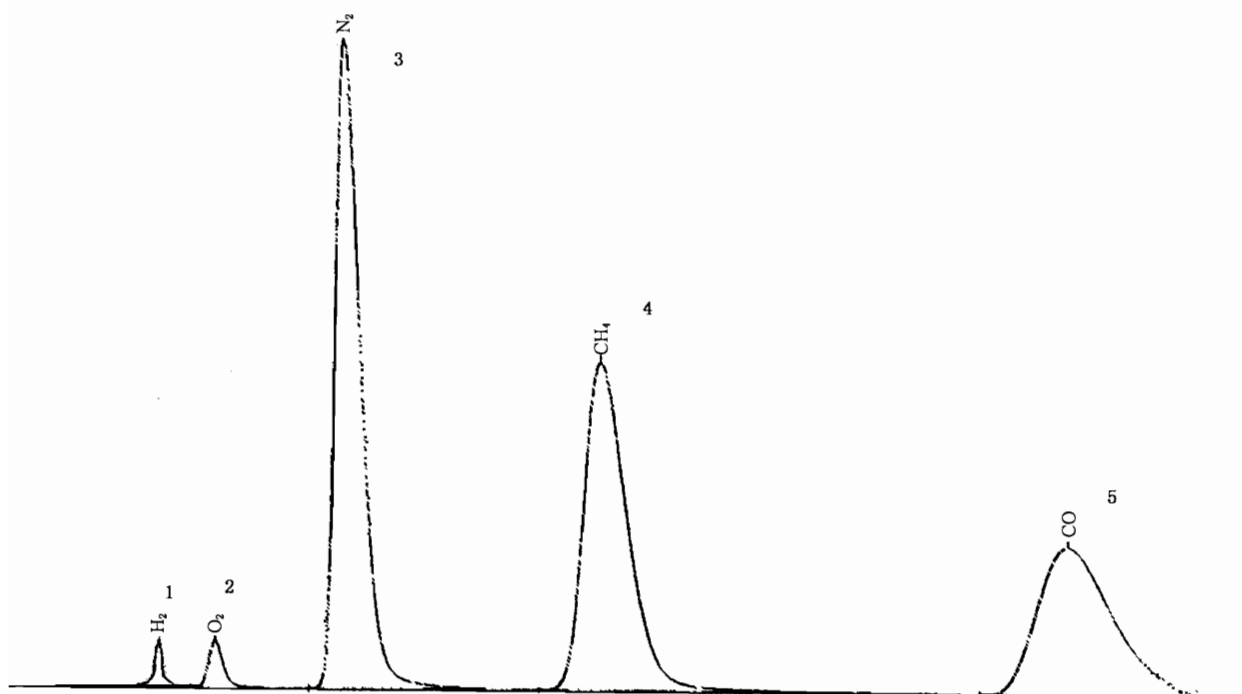
试样中各组分的出峰次序分别见图3、图4和图5。可把试样的色谱图同已知组分气样的色谱峰的保留时间相比较来进行各色谱峰的组分定性。



1——氢气色谱峰。

注：色谱工作条件见表 1 中的 A。

图 3 氢组分的色谱图



1——氢气色谱峰；

2——氧气色谱峰；

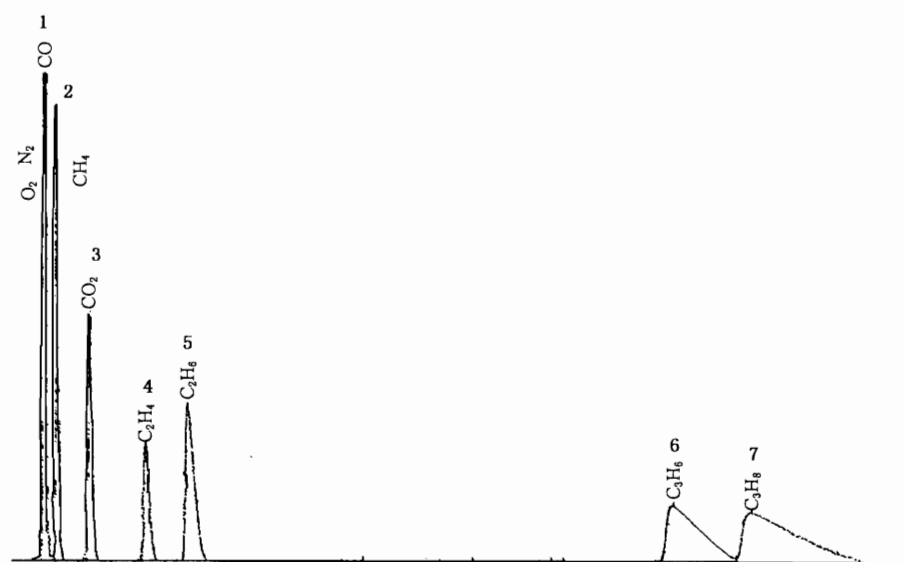
3——氮气色谱峰；

4——甲烷色谱峰；

5——一氧化碳色谱峰。

注：色谱工作条件见表 1 中的 B。

图 4 5A 分子筛柱色谱图



- 1——氧气、氮气和一氧化碳混合色谱峰；
 2——甲烷色谱峰；
 3——二氧化碳色谱峰；
 4——乙烯色谱峰；
 5——乙烷色谱峰；
 6——丙烯色谱峰；
 7——丙烷色谱峰。

注：色谱工作条件见表 1 中的 C。

图 5 GDX-104 柱色谱图

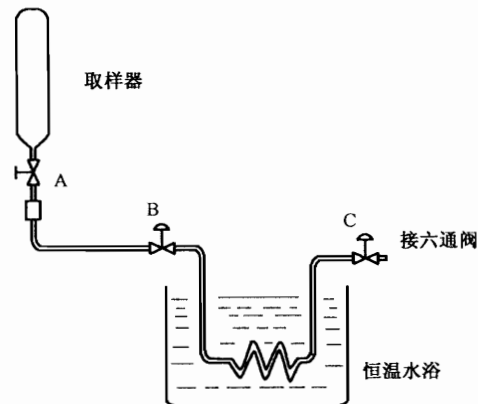
7 液化石油气气相色谱分析

液化石油气中主要有乙烷、乙烯、丙烷、丙烯、正丁烷、异丁烷、正异丁烯、反丁烯、顺丁烯、正戊烷和异戊烷等常量组分。

7.1 取样

将液化石油气取样器的进样口与罐体或钢瓶连接，依次打开取样器的放空阀、进样阀和罐体或钢瓶的截止阀，使样品充分冲洗取样器并将取样器中的空气全部置换掉。然后依次关闭取样器的放空阀、进样阀和罐体或钢瓶的截止阀，断开取样器与罐体或钢瓶的连接。

将取样器按照图 6 所示连接，恒温水浴为 50℃～70℃。打开阀门 A、C，缓慢打开流量调节阀 B，控制气化速度为 5 mL/min～50 mL/min，使管路中的空气全部置换出来。排出的冲洗管路的气体应引出室外。冲洗、置换完全后，关闭阀门 C，立即转动六通阀至进样位置，将采集的试样引入色谱柱。



A——截止阀；
B、C——针形阀。

图 6 气化试样系统连接图

7.2 气相色谱仪

配有热导检测器的气相色谱仪。采用气体六通阀进样器进样,材质为不锈钢。

7.3 典型色谱工作条件

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,在色谱图上,试样中各组分的色谱峰与相邻组分色谱峰的分度应满足定量要求。表 2 给出了分析液化石油气中各组分质量分数的气相色谱典型工作条件。

表 2 典型色谱工作条件

工作条件	A	B
检测器类型	热导检测器(TCD)	
载气	氮气,纯度不低于 99.99%	
色谱柱类型	DNBM-ODPN 填充柱	DBP-ODPN 填充柱
混合固定液	95% 顺丁烯二酸二丁酯+5% 一氧二丙腈	95% 邻苯二甲酸二丁酯+5% 一氧二丙腈
液相载荷量(质量分数,%)	26	
载体	6201 红色担体,0.23 mm~0.18 mm(60 目~80 目)	
柱长度/内径	8 m~10 m/3 mm	
气体六通阀进样量	进样量为 1 mL	
汽化室温度	100 ℃	
柱箱温度	室温~40 ℃	
检测器温度	100 ℃	
载气流量	30 mL~60 mL/min	
注:也可采用能达到同等或更高分析效果的其他色谱工作条件。		

7.4 分析方法

7.4.1 标准气的导入

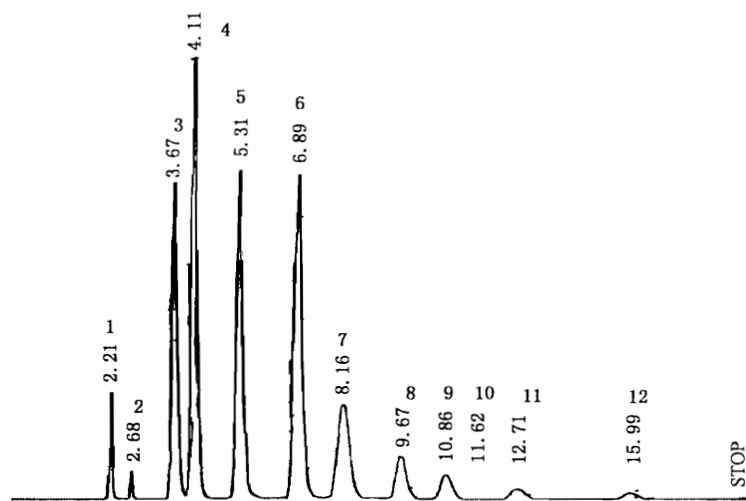
在进样定量管应采取标准气体,切换六通阀进样装置使之导入色谱柱,使记录器记录下色谱图,或使积分仪、微处理机等数据处理装置记录下色谱峰数据。应重复操作两次,两次峰高或峰面积的相对偏差不应大于1%,取两次重复性合格的数值的平均值作为标准值。

7.4.2 试样的导入

将试样容器或导管接到六通阀进样装置,应把试样通入进样定量管反复吹洗,然后切换六通阀进样装置使试样导入色谱柱,使记录器记录下色谱图,或使积分仪、微处理机等数据处理装置记录下色谱峰数据。应重复操作两次,两次峰高或峰面积的相对偏差不能大于1%,取两次重复性合格的数值的平均值作为分析值。

7.4.3 组分的定性

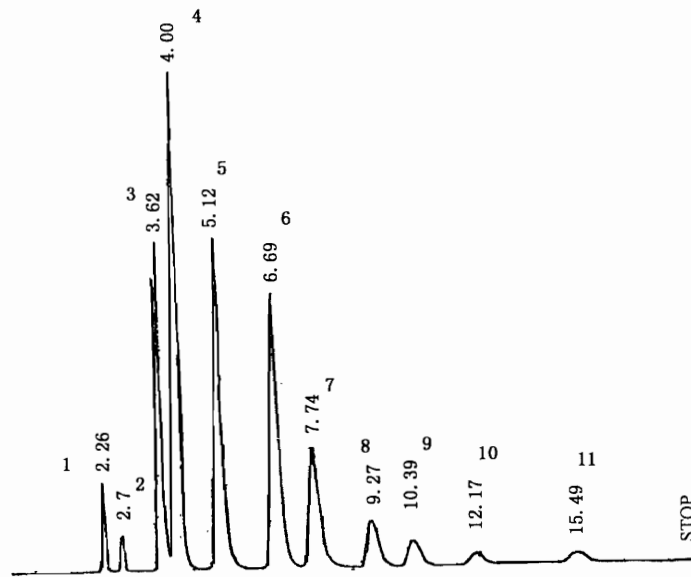
试样中各组分的出峰次序见图7。可把试样的色谱图同已知组分气样的色谱峰的保留时间相比较来进行各色谱峰的组分定性。



- 1——空气、甲烷混合色谱峰;
- 2——乙烷、乙烯混合色谱峰;
- 3——丙烷色谱峰;
- 4——丙烯色谱峰;
- 5——异丁烷色谱峰;
- 6——正丁烷色谱峰;
- 7——正异丁烯色谱峰;
- 8——反丁烯色谱峰;
- 9——顺丁烯色谱峰;
- 10——1,3 丁二烯色谱峰;
- 11——异戊烷色谱峰;
- 12——正戊烷色谱峰。

注: 色谱工作条件见表2中的A。

图7 DNBM-ODPN 混合固定液柱色谱图



- 1——空气、甲烷混合色谱峰；
- 2——乙烷、乙烯混合色谱峰；
- 3——丙烷色谱峰；
- 4——丙烯色谱峰；
- 5——异丁烷色谱峰；
- 6——正丁烷色谱峰；
- 7——正异丁烯色谱峰；
- 8——反丁烯色谱峰；
- 9——顺丁烯色谱峰；
- 10——异戊烷色谱峰；
- 11——正戊烷色谱峰。

注：色谱工作条件见表 2 中的 B。

图 8 DBP-ODPN 混合固定液柱色谱图

8 组分的定量

8.1 外标法

8.1.1 应使用标准气外标法分析试样中各组分的含量,用公式(1)计算。

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

式中：

- X'_i ——试样中组分 i 的计算含量的数值, %;
- A_i ——试样中组分 i 的色谱峰峰面积的数值;
- A_E ——标准气组分 i 的色谱峰峰面积的数值;
- E_i ——标准气组分 i 的含量的数值, %。

8.1.2 组分浓度的归一化

计算出试样中各组分的计算含量后,再计算各组分的计算含量之和,以检查其是否为 100%。当试样中各组分计算含量之和达到 98.00%~102.00%时,可用公式(2)计算出各组分含量的归一化值:

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

式中：

X_i ——试样中组分*i*的归一化计算含量的数值，%；

X'_i ——试样中组分*i*的计算含量的数值，%；

$\Sigma X'_i$ ——试样中各组分的计算含量之和的数值，%。

如果试样中各组分计算含量之和在 98.00%~102.00%之外，则应检查仪器装置和分析操作是否存在问题，或者检查有无分析组分以外的其他组分被遗漏。

8.2 也可采用修正法，使用表 3 中的校正因子分析试样中各组分的含量，用公式(3)计算。

$$X'_i = \frac{A_i \times f_i}{\Sigma A_i \times f_i} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X'_i ——试样中组分*i*的计算含量的数值，%；

A_i ——试样中组分*i*的色谱峰峰面积的数值；

f_i ——试样中组分*i*的校正因子。

表 3 各组分体积校正因子

组分名称	氧	氮	一氧化碳	二氧化碳	甲烷	乙烷
校正因子	2.50	2.38	2.38	2.08	2.80	1.96
组分名称	乙烯	丙烷	丙烯	异丁烷	正丁烷	正丁烯
校正因子	2.08	1.55	1.54	1.22	1.18	1.23
组分名称	异丁烯	反丁烯	顺丁烯	异戊烷	正戊烷	1,3 丁二烯
校正因子	1.22	1.18	1.15	0.98	0.95	1.25

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试样相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应符合表 4 要求。

9.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不相同的设备，按相同的测试方法，对同一被测试样相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应符合表 4 要求。

表 4 分析结果的重复性和再现性

组分含量/%	重复性/%	再现性/%
<1	0.10	0.20
1~5	0.20	0.40
5~25	0.40	0.70
>25	0.70	1.00

注：表 4 中的数据单位为体积分数。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
人工煤气和液化石油气
常量组分气相色谱分析法
GB/T 10410—2008

*

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 1 字数 20 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35177 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 10410—2008