

DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB 34/T 3690—2020

液化石油气中二氧化碳和氮气含量的测定

Determination of carbon dioxide and nitrogen in liquefied petroleum gas

地方标准信息服务平台

2020 - 08 - 03 发布

2020 - 09 - 03 实施

安徽省市场监督管理局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由国家煤化工产品质量监督检验中心（安徽）提出。

本标准由安徽省煤及煤化工标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：国家煤化工产品质量监督检验中心（安徽）。

本标准参与起草单位：安徽省华博燃气股份有限公司、合肥市城乡建设发展研究中心、淮南师范学院。

本标准主要起草人：张海侠、赵寒絮、张勤、闫玉乐、姜春志、段锦、张洁、张帅、姚杰、蒋旭、石城、杨耀博、胡云虎、靳师琪、程浩、刘益贤、李文明。

地方标准信息服务平台

液化石油气中二氧化碳和氮气含量的测定

1 范围

本标准规定了液化石油气中二氧化碳和氮气含量测定的术语和定义、方法概要、试剂与材料、仪器设备、取样和样品准备、试验步骤、定性分析、定量分析和精密度。

本标准适用于液化石油气中二氧化碳和氮气含量的测定。

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，仅所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 5274.1 气体分析 校准用混合气体的制备 第1部分：称量法制备一级混合气体

SH/T 0233 液化石油气采样法

3 术语和定义

GB/T 4946 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法概要

4.1 将液化石油气样品钢瓶、闪蒸仪、气相色谱仪依次连接，在选定的工作条件下，待试样进入色谱系统，通过阀切换、色谱柱使二氧化碳、氮气与液化石油气其他组分进行有效分离，记下二氧化碳、氮气的色谱峰数值。

4.2 在同样的工作条件下，分析已知二氧化碳、氮气含量的标准气，采用外标法把测得的试样中二氧化碳、氮气色谱峰数值与标准气中二氧化碳、氮气色谱峰数值相比较来计算试样中二氧化碳、氮气含量。

5 试剂与材料

5.1 载气：氢气，纯度不低于 99.99%；氮气，纯度不低于 99.99%。

5.2 燃气：氢气，纯度不低于 99.99%。

5.3 助燃气：压缩空气。

5.4 标准气

5.4.1 分析需要的标准气可采用国家二级标准物质，或按 GB/T 5274.1 的规定制备。

5.4.2 标准气的所有组分应均处于均匀的气态。对于样品中的被测组分，标准气中相应组分的浓度，不应低于样品中组分浓度的一半，也不应大于该组分浓度的两倍。标准气中组分的最低浓度应大于 0.05%。

5.4.3 标准气应在有效期内使用。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪

任何有质量保证,且配置满足分析需要的气相色谱仪均可使用。图1 为方法推荐的色谱系统流程图。

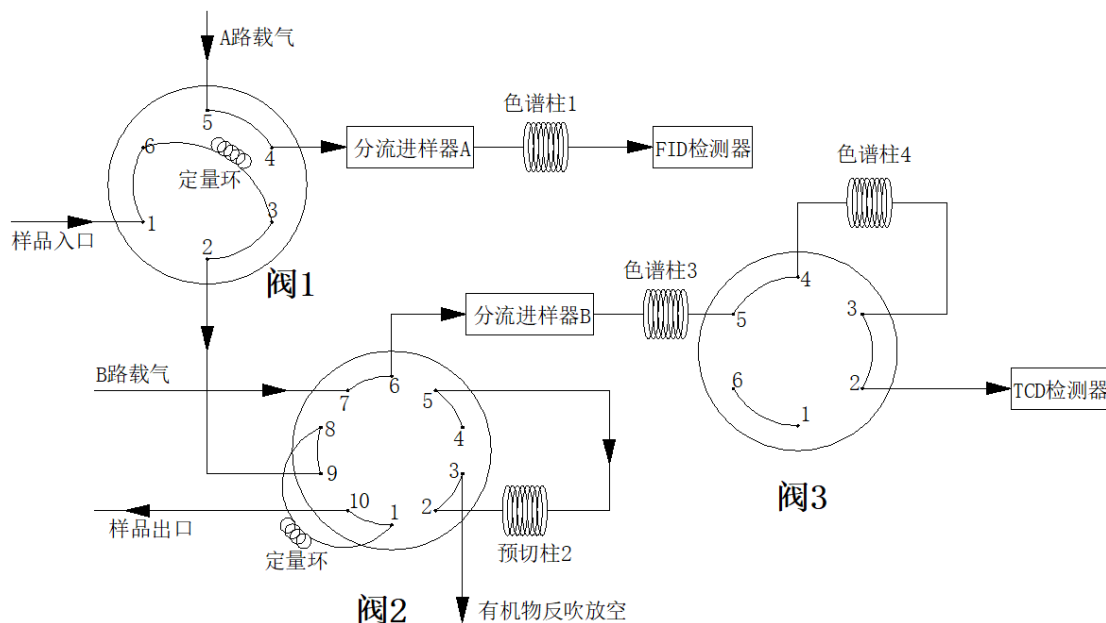


图1 色谱流程图

6.2 阀

6.2.1 阀 1: 六通阀, 为气体进样阀。

6.2.2 阀 2: 十通阀, 切换出液化石油气试样中的有机气体并反吹放空。

6.2.3 阀 3: 六通阀, 有效分离二氧化碳和氮气, 使氮气进入色谱柱 4, 二氧化碳进入色谱柱 3。

6.3 色谱柱

6.3.1 色谱柱 1: 50 m×0.53 mm×15 μm PLOT Al₂O₃毛细管色谱柱, 或性能相当的其它色谱柱(用于分析有机烃类气体)。

6.3.2 预切柱 2: 6 ft. ×1/8 in. Haysep Q, 60/80 填充柱; 或性能相当的其它色谱柱(用于无机气体与有机气体分开)。

6.3.3 色谱柱 3: 30 m×0.53 mm×40 μm, PLOT Q 毛细管色谱柱, 或性能相当的其它色谱柱(用于分析二氧化碳等组分)。

6.3.4 色谱柱 4: 30 m×0.53 mm×25 μm, PLOT 5A MS 毛细管色谱柱, 或性能相当的其它色谱柱(用于分析氮气等组分)。

6.4 检测器

6.4.1 氢火焰离子化检测器: 简称 FID, 分析有机组分。

6.4.2 热导检测器: 简称 TCD, 分析二氧化碳、氮气等无机组分。

6.5 闪蒸仪

6.5.1 具有将少量液态试样瞬间由液态完全转变为气态的功能。

6.5.2 闪蒸仪阀系统设计至少要满足在工作温度 100℃ 下承受 1380 kPa 的液体进样压力的要求。

6.5.3 闪蒸仪应包括将所有组分瞬间均匀汽化的温度控制单元和定体积汽化腔体，与色谱仪气体进样阀相连接的接口配件及去除样品中颗粒物的过滤器等必备的组件。

7 取样和样品准备

7.1 适宜的取样过程和样品处理方式对于获得有代表性的分析结果及保证色谱仪的正常使用至关重要。

7.2 按照 SH/T 0233 的要求采集液化石油气样品。

7.3 在样品分析前，将钢瓶倒置，打开样品出口阀门，放出一小部分样品，以去除可能存在的水分和颗粒物。

8 试验步骤

8.1 样品进样

用能保证气密性的接头和管线连接待测试样钢瓶出样口与闪蒸仪取样口，根据实际试样馏分分布控制汽化温度在 80℃~110℃ 之间某一温度（推荐汽化温度 100℃），调节闪蒸仪流量（推荐流速为 20 mL/min~30 mL/min），在保证试样达到均匀汽化状态约 1 min 后，启动色谱仪进样。

8.2 试样分析

所选择的色谱工作条件应能使试样中的二氧化碳、氮气有效分离；氮气、二氧化碳色谱峰的分离度应能满足定量要求。可采用表1 所列色谱条件测试标准气及液化石油气试样。

表1 典型色谱工作条件

工作条件	气路 A	气路 B
载气	氮气，浓度不低于 99.99%	氮气，浓度不低于 99.99%
检测器类型	FID	TCD
检测器温度	250℃	200℃
色谱柱	色谱柱1: 50 m×0.53 mm×15 μm PLOT Al ₂ O ₃ 毛细管色谱柱； 预切柱2: 6ft. ×1/8 in. Haysep Q, 60/80 填充柱； 色谱柱3: 30 m×0.53 mm×40 μm, PLOT Q 毛细管色谱柱； 色谱柱4: 30 m×0.53 mm×25 μm, PLOT 5A MS 毛细管色谱柱。	
进样口温度	200℃	
柱箱温度	初温 90℃, 保持 1 min, 程序升温速度 6℃/min, 终温 170℃, 保持 25 min。	
气体定量环	0.5 mL~1.0 mL	
配件要求	定量环，分流进样口、衬管、试样所流经管线全部需惰性化处理。	
注：也可采用能达到同等或更高分析效果的色谱条件。		

8.3 空白分析

采用闪蒸仪为样品进样设备时，在两次试样分析之间应进行空白分析，以确保系统中不存在试样残存和污染。通常以空气为空白试样。

9 定性分析

按上述表1 色谱条件对标准气及含有二氧化碳和氮气的液化石油气样品进行分析。根据标准气体各组分色谱峰的保留时间进行定性。

10 定量分析

使用标准气外标法分析试样中二氧化碳或氮气的含量，用公式（1）计算。

$$X_i = E_s \times \frac{A_i}{A_s} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X_i ——试样中二氧化碳或氮气含量；
- A_i ——试样中二氧化碳或氮气色谱峰峰面积的数值；
- A_s ——标准气体组分中二氧化碳或氮气色谱峰峰面积的数值；
- E_s ——标准气体组分二氧化碳或氮气含量的数值。

11 精密度

11.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用同一设备，对同一样品重复分析获得的结果，如果连续两个测定结果的差值超过了表2 规定的数值，应视为可疑。

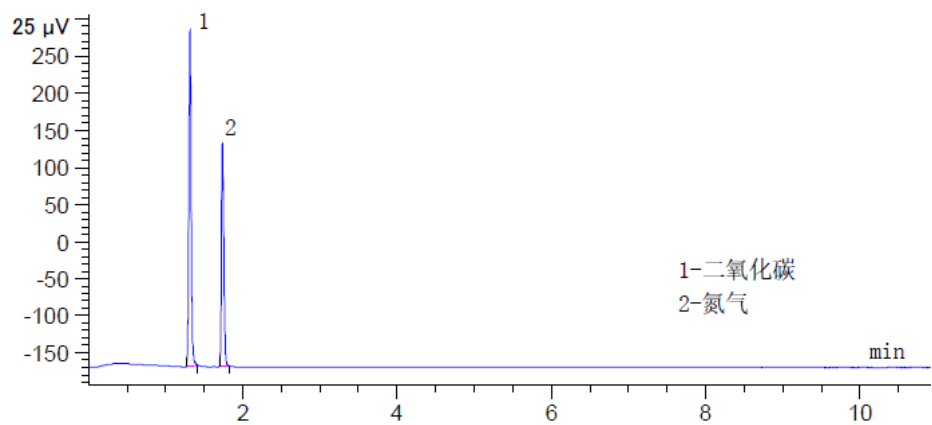
11.2 再现性

对同一样品由两个实验室提供的分析结果，如果差值超过了表2 规定的数值，每个实验室的结果都视为可疑。

表2 精密度

二氧化碳或氮气浓度范围 /%	重复性 /%	再现性 /%
0~0.09	≤0.01	≤0.02
0.1~0.9	≤0.04	≤0.07
1.0~4.9	≤0.07	≤0.10
5.0~10	≤0.08	≤0.12
<10	≤0.20	≤0.30

附 录 A
(规范性附录)
液化石油气中二氧化碳和氮气组分气相色谱图



图A.1 液化石油气中二氧化碳和氮气组分气相色谱图

地方标准信息服务平台