

中华人民共和国国家标准

GB/T 32492—2016

液化石油气中二甲醚含量 气相色谱分析法

Content of dimethyl ether in liquefied petroleum gas by gas chromatography

2016-02-24 发布

2017-01-01 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

版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国质检出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 32492-2016
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100190510041300
防伪号: 2019-0510-0510-4004-7085
时 间: 2019-05-10
定 价: 21元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
液化石油气中二甲醚含量
气相色谱分析法
GB/T 32492—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2016年4月第一版

*

书号: 155066·1-54006

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国住房和城乡建设部提出。

本标准由住房和城乡建设部燃气标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：浙江省质量检测科学研究院、中国市政工程华北设计研究总院有限公司。

本标准参加起草单位：国家化学工业气体产品质量监督检验中心(福建)、北京普瑞分析仪器有限公司、国家燃气用具质量监督检验中心。

本标准主要起草人：叶静、李文硕、邹震、李景升、陈岚、沈其康。

北京中培质联 专用

订单号: 0100190510041300 防伪编号: 2019-0510-0510-4004-7085 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

液化石油气中二甲醚含量 气相色谱分析法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定液化石油气中二甲醚含量的分析方法。
本标准适用于液化石油气中二甲醚含量的测定。

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

3 术语和定义

GB/T 4946 界定的术语和定义适用于本文件。

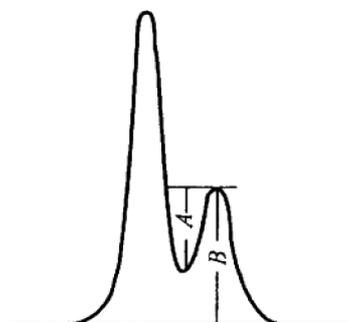
4 方法原理

4.1 在选定的色谱工作条件下,将气体试样进入色谱系统,通过色谱柱使二甲醚与液化石油气各组分进行有效分离,记下二甲醚的色谱峰数值。

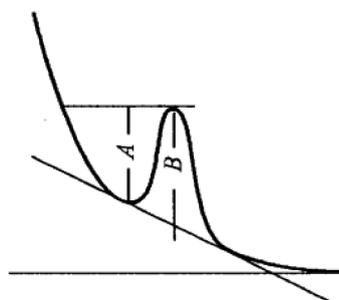
在同样的色谱工作条件下,采用外标法分析已知二甲醚含量的标准气,把测得的试样中二甲醚色谱峰数值与标准气中二甲醚色谱峰数值相比较来计算试样中二甲醚含量。

4.2 组分在色谱柱上的分离效果应符合下列要求(参见图 1):

- 当组分含量大于或等于 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。



A/B 比率的图例



对小组分峰 A/B 比率的图例

说明:

A——两峰间峰谷深;

B——两相邻峰高于基线的较小峰的高。

图 1 组分在色谱柱上的分离效果

5 试剂与材料

5.1 载气

5.1.1 氢气或氦气,体积分数不应低于 99.99%。

5.1.2 氮气或氩气,体积分数不应低于 99.99%。

5.2 辅助气

5.2.1 氢气,体积分数不应低于 99.99%。

5.2.2 空气,体积分数不应低于 99.99%。

5.3 标准气

5.3.1 分析需要的标准气可采用国家二级标准物质,或按 GB/T 5274 制备。

5.3.2 标准气的所有组分应处于均匀的气态。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%。

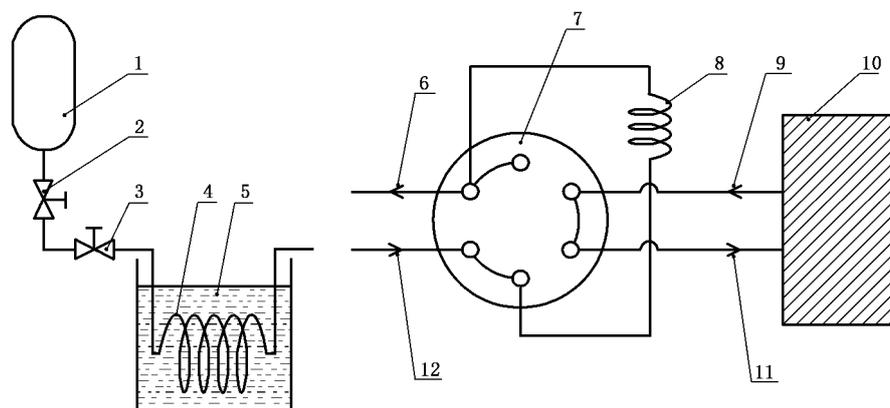
5.3.3 标准气应在有效期内使用。

6 仪器设备

气相色谱仪应配有热导检测器(TCD)或氢火焰离子化检测器(FID),气体六通阀进样器(不锈钢材质)。

7 取样、进样系统

取样、进样系统参见图 2。试样的取样应采用液相取样法,将采样钢瓶倒置,保证流入管线的试样为液相,水浴温度为 50 °C~70 °C,气化速度为 20 mL/min~30 mL/min,使管路中的空气全部置换后,将采集的气体试样通过六通阀引入气相色谱仪。



说明:

- 1——采样钢瓶;
- 2——采样钢瓶阀;
- 3——流量调节针形阀;
- 4——盘绕管线;
- 5——水浴;
- 6——样品出口;
- 7——六通阀;
- 8——六通阀定量管;
- 9——载气;
- 10——气相色谱仪;
- 11——进色谱柱;
- 12——样品入口。

图 2 取样、进样系统图

8 典型色谱工作条件

色谱工作条件应能使试样中的二甲醚与液化石油气各组分有效分离;二甲醚色谱峰与相邻液化石油气组分色谱峰的分度度应能满足定量要求。液化石油气中二甲醚含量的气相色谱典型工作条件见表 1。

表 1 典型色谱工作条件

工作条件	A	B	C
载气类型	氦气或氢气		
载气流量/(mL/min)	30	20	
色谱柱	聚苯乙烯-二乙烯基苯(PLOT-Q)填充柱	角鲨烷填充柱(20%角鲨烷涂于 198 μm~245 μm(60~80)目 6201 红色担体上)	
柱长/内径/(m/mm)	4/3	6/3	12/3

表 1 (续)

工作条件	A	B	C
柱箱温度/℃	140	40	
气化室温度/℃	220	120	
检测器温度/℃	250	120	
检测器	FID	TCD	
氢气流量/(mL/min)	30	—	
空气流量/(mL/min)	300	—	
进样量/mL	0.25	0.5	
注：也可采用达到同等或更高分析效果的其他色谱工作条件。			

9 操作步骤

9.1 仪器的准备

启动气相色谱仪,按表 1 色谱工作条件调试仪器,待基线平稳后进行操作。

9.2 标准气的导入

9.2.1 打开标准气钢瓶阀门,调节合适的流量,用标准气连续吹扫六通阀定量环并排空,切换六通阀将标准气导入色谱系统进行测定,记录下色谱图和色谱峰数值。

9.2.2 重复测定两次,若两次测定的峰高或峰面积的相对偏差不应大于 1%,取两次测定的平均值作为标准气中二甲醚组分的峰高或峰面积。

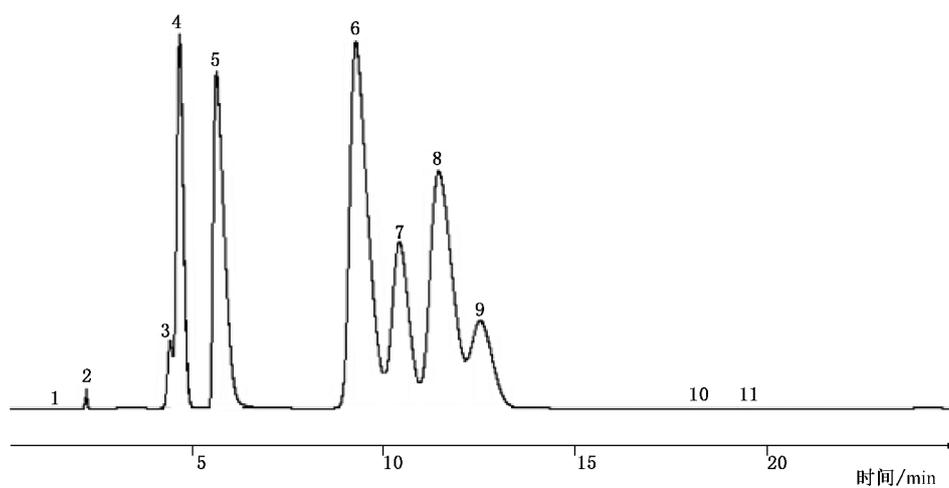
9.3 试样的导入

9.3.1 按图 1 所示,将取得气体试样连续吹扫六通阀定量环并排空,切换六通阀进样装置将试样导入色谱系统进行测定,记录下色谱图和色谱峰数值。

9.3.2 重复测定两次,若两次测定的峰高或峰面积的相对偏差不应大于 1%,取两次测定的平均值作为试样中二甲醚组分的峰高或峰面积。

9.4 液化石油气中二甲醚组分的定性

试样中各组分的出峰次序参见图 3、图 4、图 5。比较试样中二甲醚色谱峰与标准气中二甲醚色谱峰的保留时间对二甲醚进行定性。

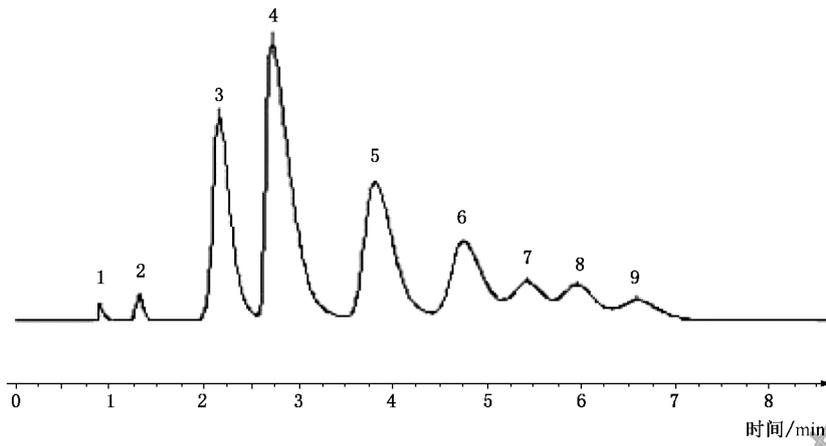


说明:

- 1 —— 甲烷;
- 2 —— 乙烷;
- 3 —— 丙烯;
- 4 —— 丙烷;
- 5 —— 二甲醚;
- 6 —— 异丁烷;
- 7,8,9 —— 碳四烃类;
- 10 —— 异戊烷;
- 11 —— 正戊烷。

注: 色谱工作条件参见表 1 中的 A。

图 3 聚苯乙烯-二乙烯基苯 (PLOT-Q) 填充柱色谱图

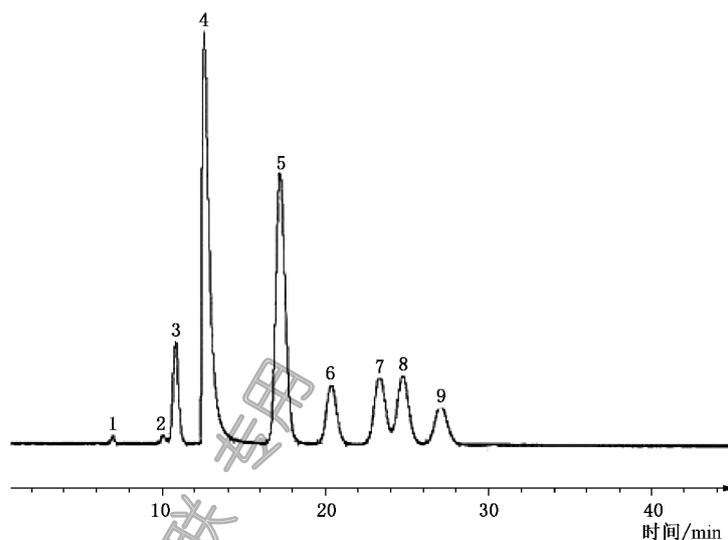


说明：

- 1——空气+甲烷；
- 2——乙烷+乙烯；
- 3——丙烷+丙烯；
- 4——二甲醚；
- 5——异丁烷；
- 6——正异丁烯；
- 7——正丁烷；
- 8——反丁烯-2；
- 9——顺丁烯-2。

注：色谱工作条件参见表 1 中的 B。

图 4 角鲨烷填充柱色谱图(6 m)



说明:

- 1——乙烷+乙烯;
- 2——丙烯;
- 3——丙烷;
- 4——二甲醚;
- 5——异丁烷;
- 6——正异丁烯;
- 7——正丁烷;
- 8——反丁烯-2;
- 9——顺丁烯-2。

注: 色谱工作条件参见表 1 中的 C。

图 5 角鲨烷填充柱色谱图(12 m)

9.5 液化石油气中二甲醚组分的定量

采用外标法对试样中二甲醚组分进行定量,按式(1)计算,取两次的平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

$$X_i = X'_i \times \frac{A_i}{A'_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i —— 试样中二甲醚含量;
- X'_i —— 标准气中二甲醚含量;
- A_i —— 试样中二甲醚色谱峰峰面积;
- A'_i —— 标准气中二甲醚色谱峰峰面积。

10 重复性和再现性

10.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用同一仪器,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测试样相

GB/T 32492—2016

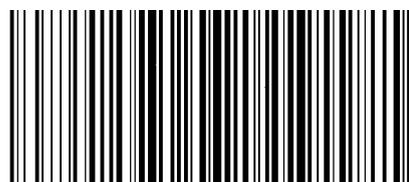
互独立进行测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值应符合表 2 的要求。

10.2 再现性

在不同的实验室,由不同操作者使用不同仪器,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 2 的要求。

表 2 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



GB/T 32492-2016

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-54006