



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 31400—2015

GB/T 31400—2015

## 附录 A (规范性附录)

氟代烷烃(四氟甲烷)中不凝性气体含量测定的典型色谱图及相对保留值

### A.1 氟代烷烃(四氟甲烷)中不凝性气体含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。

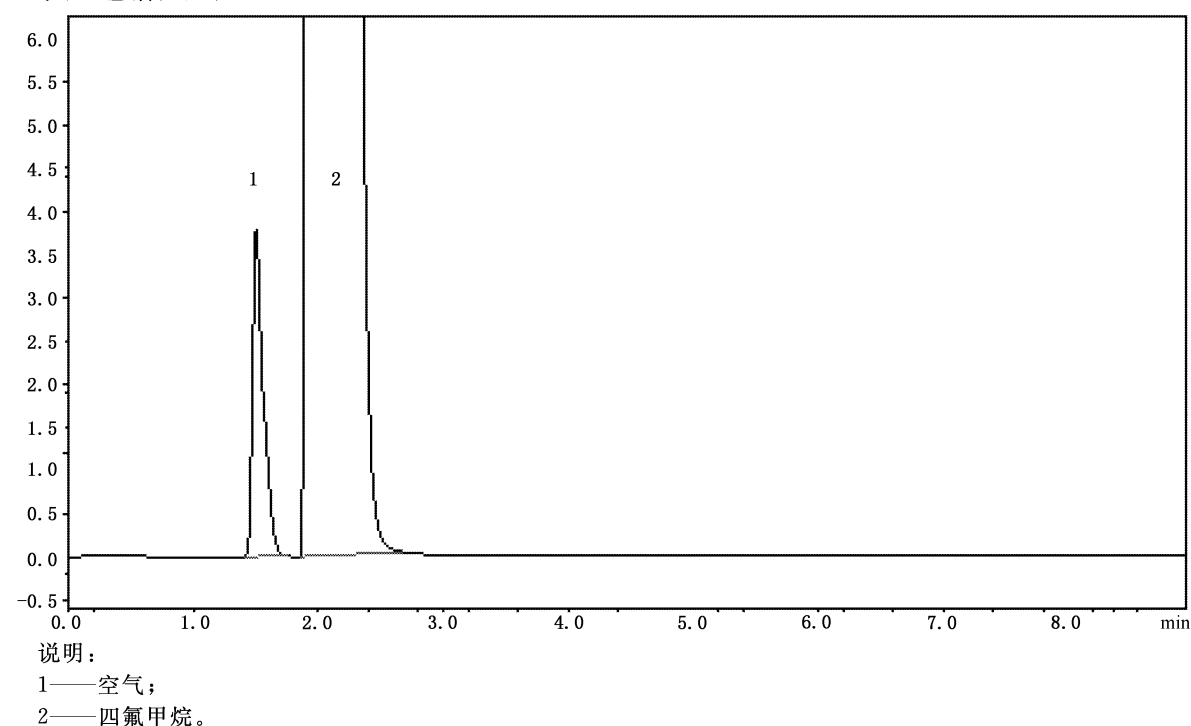


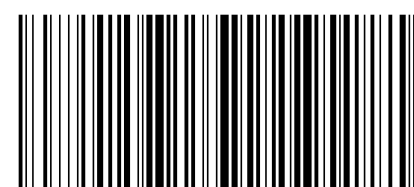
图 A.1 四氟甲烷中不凝性气体含量测定的典型色谱图

### A.2 各组分相对保留值

相对保留值见表 A.1。

表 A.1 相对保留值

峰序	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	空气	1.505	1
2	四氟甲烷	1.973	1.311



GB/T 31400—2015

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-50926

定价: 14.00 元

2015-05-15 发布

2015-10-01 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

## 氟代烷烃 不凝性气体(NCG)的测定 气相色谱法

Fluorinated alkane—Determination of non condensable gas(NCG)—  
Gas chromatography

打开标准气钢瓶的阀门,以 1 mL/s 的速度放出标准气通过进样阀,清洗进样系统,约 10 s 后关闭标准气钢瓶阀门,当六通阀的尾气在烧杯中的气泡刚刚停止冒出时,立即旋转六通阀至“进样”位置,进样分析。

6.4.1.2 标准气中空气的绝对响应因子  $S$ ,按式(1)计算:

$$S = \frac{A_{\text{air}}}{\varphi_{\text{air}}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$A_{\text{air}}$ ——标准气中空气峰面积;

$\varphi_{\text{air}}$ ——标准气中空气的体积分数。

取连续 3 次  $S$  测定的算术平均值为报告结果。3 次测定  $S$  的任一绝对差值不大于连续测定值的算术平均值的 1.6%。

6.4.1.3 分析前进行校正。

#### 6.4.2 试样分析

6.4.2.1 将已取好试样的采样钢瓶阀门与色谱仪进样阀进口连接,以下操作同 6.4.1.1。

6.4.2.2 当样品钢瓶中气相总量(试样) $<500$  mL 时,采用将进样系统(管线、定量环)抽真空使其压力小于 0.013 kPa,样品钢瓶气相阀与色谱仪进样阀进口连接,尽量减少试样气相中气体消耗。以下操作同 6.4.1.1。

6.4.2.3 连续重复进样,直到所测空气峰面积重复,表明系统中空气排净。然后连续 2~3 次进样测定,取其算术平均值为峰面积测定结果。

#### 6.4.3 结果计算

6.4.3.1 室温下氟代烷烃中的不凝性气体的体积分数  $\varphi$ ,按式(2)计算:

$$\varphi = \frac{A_i}{S} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$A_i$ ——氟代烷烃气相中空气的峰面积;

$S$ ——标准气中空气的绝对响应因子。

6.4.3.2 校正为 25 °C 的不凝性气体体积分数  $\varphi_1$ (25 °C),按式(3)计算:

$$\varphi_1 = \frac{\varphi \times p \times 298.15}{(T + 273.15) \times p_{25}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$\varphi$ ——不凝性气体体积分数(室温);

$p$ ——试样在取样环境温度  $T$ (°C)时的饱和蒸汽压数值,单位为兆帕(MPa);

$T$ ——试样在取样时的环境温度,单位为摄氏度(°C);

$p_{25}$ ——试样在 25 °C 时的饱和蒸汽压数值,单位为兆帕(MPa)。

## 7 结果表述

取连续两次平行测定结果的算术平均值为测定的报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

如果不凝性气体的体积分数 $<0.02\%$ 时,测定报告结果为体积分数 0.02%。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
氟代烷烃 不凝性气体(NCG)的测定  
气相色谱法  
GB/T 31400—2015  
\*  
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.spc.net.cn  
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946  
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 0.5 字数 9 千字  
2015 年 6 月第一版 2015 年 6 月第一次印刷  
\*  
书号: 155066 · 1-50926 定价 14.00 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)68510107

## 6 试验方法

**警告:**本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者应采取适当的安全和健康防护措施。

### 6.1 试剂

6.1.1 载气:氮气(或氢气),体积分数大于 99.995%。

6.1.2 标准气:以氮气(或氢气)为本底气,空气体积分数为 0.02%~1.5%。标准气制备应符合 GB/T 10627 的技术要求。

### 6.2 仪器

6.2.1 气相色谱仪:配有六通阀,带有热导检测器(TCD)并能满足表 1 所示操作条件的气相色谱仪均可使用。

6.2.2 色谱柱的制备:按 GB/T 9722 的技术要求进行。

6.2.3 进样器:六通阀(带有 1 mL 或 0.5 mL 定量管)。

6.2.4 记录仪:色谱数据处理机或工作站。

6.2.5 标准气瓶:工作压力大于 10.0 MPa。

6.2.6 采样钢瓶:1 000 mL 或 500 mL 的双阀型小钢瓶,工作压力应大于同等产品的压力。

6.2.7 温度计:—20℃~50℃,分刻度 0.2℃。

### 6.3 色谱分析条件

推荐的色谱操作条件见表 1,典型色谱图和相对保留值见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱操作条件均可使用。

表 1 推荐的色谱操作条件

项 目	色谱柱老化	样品分析
色谱柱	不锈钢柱或其他适宜材料,4 m(柱长)×3 mm(内径)	
固定相	Porapak Q,粒径 0.15 mm~0.18 mm	
载气	氮气	氮气(或氢气)
汽化室温度/℃	—	150
检测室温度/℃	—	150
柱箱温度/℃	初始温度 40℃保持 2min,以 10℃/min 升温到 150℃保持 180 min	初始温度 40℃保持 2 min,以 10℃/min 升温到 120℃保持 10 min
桥流/mA	—	100
进样量/mL	—	1.0(或 0.5)
气体流量/(mL/min)	30	30

### 6.4 分析步骤

#### 6.4.1 校正

6.4.1.1 将标准气钢瓶阀门与气相色谱仪进样阀相连,将六通阀的尾气通入装有少量水的烧杯中,慢慢

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会制冷剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 9)归口。

本标准起草单位:浙江省化工研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位:常熟三爱富中昊化工新材料有限公司、山东东岳化工有限公司、鹰鹏化工有限公司、山东华安新材料有限公司、浙江蓝天环保科技股份有限公司、浙江莹光化工有限公司。

本标准主要起草人:方路、史婉君、方小青、李企真、胡延风、杨箭、陈州州、龙奎。