

ICS 73 040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 29747—2013

GB/T 29747—2013

煤炭直接液化 生成气的组成分析 气相色谱法

Coal direct liquefaction—Determination of composition for coal direct
liquefaction gas—Gas chromatographic method

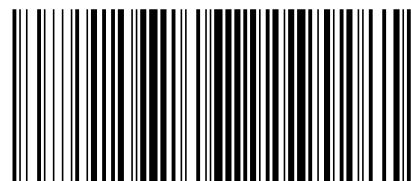
中华人民共和国
国家标准
煤炭直接液化 生成气的组成分析
气相色谱法
GB/T 29747—2013

*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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 0.75 字数 16 千字
2013年11月第一版 2013年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47568 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)68510107



GB/T 29747-2013

2013-09-18 发布

2014-03-01 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

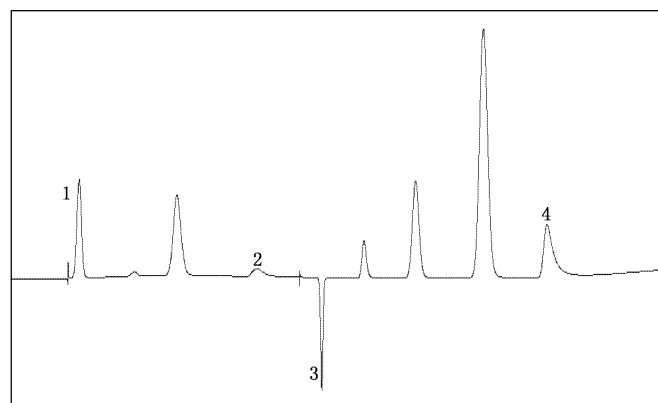
8.3 试样的导入和组分测定

8.3.1 试样的导入

将试样容器或导管接到色谱仪进样装置口,待用试样反复吹扫进样定量管后,切换六通阀、十通阀进样装置使之导入色谱柱,用色谱工作站进行数据处理。重复测定两次,若两次测量峰面积的相对偏差不大于1%,取两次测定的平均值作为试样被测组分的峰面积。

8.3.2 组分的定性分析

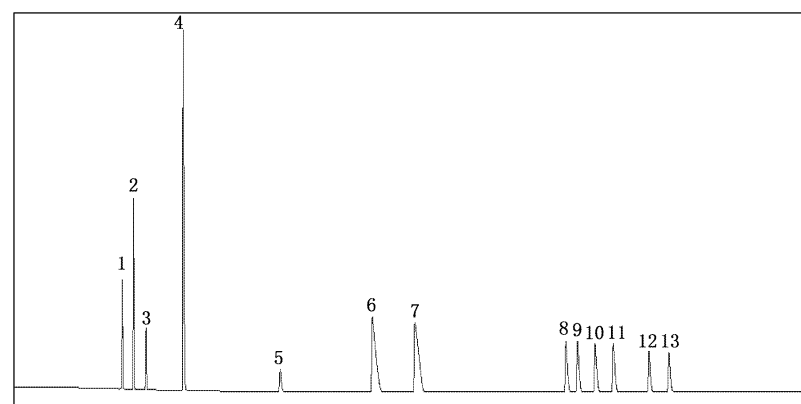
试样中组分的出峰次序见图3、图4。把试样组分的色谱峰与标准气相应组分的色谱峰相比,根据保留时间进行定性。



说明:

- 1——二氧化碳色谱峰;
2——硫化氢色谱峰;
3——氢气色谱峰;
4——一氧化碳色谱峰。

图3 Hayesep-Q 和 5A 分子筛填充柱色谱图



说明:

- | | | |
|-------------|-------------|-------------|
| 1——甲烷色谱峰; | 2——乙烷色谱峰; | 3——乙烯色谱峰; |
| 4——丙烷色谱峰; | 5——丙烯色谱峰; | 6——异丁烷色谱峰; |
| 7——正丁烷色谱峰; | 8——反丁烯色谱峰; | 9——正丁烯色谱峰; |
| 10——异丁烯色谱峰; | 11——顺丁烯色谱峰; | 12——异戊烷色谱峰; |
| 13——正戊烷色谱峰; | | |

图4 PLOT Al₂O₃“S”毛细管色谱柱谱图

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院北京煤化工研究分院。

本标准主要起草人:朱肖曼、杜淑凤、毛学锋、吴艳、周铭、颜丙峰、石智杰、赵渊、王雨、张帆。

色谱柱的分离度按式(1)计算:

$$R = 2 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{w_1 + w_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- R —— 分离度;
- t_{R1}, t_{R2} —— 相邻两色谱峰的保留时间, 见图 2;
- w_1, w_2 —— 相邻两色谱峰的峰宽, 即在峰两侧拐点处所作切线与峰底相交, 得出的两点间的距离, 见图 2。

6.2.3 色谱柱的老化

将 4 根色谱柱按要求与色谱仪连接, 断开检测器, 在载气流量为 40 mL/min 的条件下, 采用程序升温方式对色谱柱进行老化。操作条件为: 初始温度 60 °C, 运行 10 min, 然后以 15 °C/min 的升温速率升至 190 °C, 运行 15 min。重复进行上述操作, 直至分离度达到 6.2.2 的要求。

7 取样

7.1 取样方式

气体取样按 GB/T 3723 和 GB/T 6681 的规定进行。
可采用实时在线方式取样, 也可用取气袋取样。在条件允许的情况下建议采用实时在线方式采集样品; 使用取气袋取样时, 推荐使用复合膜取气袋。

7.2 取气袋取样程序

- a) 打开取气袋取样口阀门, 将袋中余气全部放散。
- b) 将管路中取样口的阀门缓慢打开, 放出取样管路中的气体。然后将取气袋的橡胶口套在取样口上, 将样品气充入取气袋中, 关闭取样口阀门, 取下取气袋, 将取气袋中气体全部挤出, 尽量减少死体积, 重复充放气 3 次后, 将取气袋内充入样品气, 关闭取样口阀门, 取下取气袋并密封好, 防止漏气。
- c) 取气袋要做好标记, 注明样品名称、取样地点、取样时间和取样人员等。取样后应立即分析。

8 测定步骤

8.1 色谱仪工作条件

典型色谱仪工作条件见表 3 和表 4。

表 3 典型色谱仪工作条件

	进样口	通道 A	通道 B
进样系统	进样口模式	吹扫填充柱	分流模式
	汽化室温度/°C	150	150
	载气类型	氦气	氦气
	载气流量/(mL/min)	38.0	
	分流比		50 : 1
	压力/kPa		5.0

煤炭直接液化 生成气的组成分析
气相色谱法

1 范围

本标准规定了测定煤炭直接液化生成气中 C₁~C₅ 烃及氢气、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢含量的气相色谱方法。
本标准适用于表 1 所示范围的煤炭直接液化生成气。

表 1 气体组分及测量范围

组分	范围(体积分数, %)	组分	范围(体积分数, %)
甲烷	1.00~20	异丁烯	0.01~1
乙烷	0.50~10	顺丁烯	0.01~1
乙烯	0.01~2	正戊烷	0.01~2
丙烷	0.20~10	异戊烷	0.01~2
丙烯	0.01~5	二氧化碳	0.20~10
异丁烷	0.01~5	氢气	70~95
正丁烷	0.01~5	一氧化碳	0.50~10
反丁烯	0.01~1	硫化氢	0.10~5
正丁烯	0.01~1		

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 3723 工业用化学产品采样的安全通则
GB/T 6681 气体化工产品采样通则
GB/T 23251—2009 煤化工用煤技术导则

3 术语和定义

GB/T 23251—2009 界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

煤炭直接液化 coal direct liquefaction

煤炭在高压、高温和催化剂的作用下与氢气进行加氢反应, 从而直接转化为液体燃料的过程。
[GB/T 23251—2009, 定义 3.8]