

GB/T 3634.2—2011

差不大于  $10 \times 10^{-2}$ , 取其平均值。

### B.6 结果计算

采用峰面积(或峰高)定量,用外标法计算结果。用变温浓缩进样法测定氢中氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳和甲烷含量时按式(B.1)计算:

$$\phi_i = \frac{A_i V_s}{A_s V_i} \times \phi_s \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$\phi_i$  —— 样品气中被测组分的含量(体积分数);

$A_i$  —— 样品气中被测组分的峰面积,单位为平方毫米( $\text{mm}^2$ );或峰高,单位为毫米(mm);

$V_s$  —— 气体标准样品体积,单位为毫升(mL);

$A_s$  —— 气体标准样品中被测组分的峰面积,单位为平方毫米( $\text{mm}^2$ );或峰高,单位为毫米(mm);

$V_i$  —— 样品气体积,单位为毫升(mL);

$\phi_s$  —— 气体标准样品中相应已知组分的含量(体积分数)。

GB/T 3634.2—2011

ICS 71.100.20  
G 86



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3634.2—2011  
代替 GB/T 7445—1995

## 氢气

### 第2部分:纯氢、高纯氢和超纯氢

Hydrogen—

Part 2: Pure hydrogen, high pure hydrogen and ultrapure hydrogen



GB/T 3634.2—2011

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-44826

定价: 16.00 元

2011-12-30 发布

2012-10-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
氢 气  
第 2 部分：纯氢、高纯氢和超纯氢

GB/T 3634.2—2011

\*

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 17 千字  
2012 年 5 月第一版 2012 年 5 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-44826 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

### B.3 气体标准样品

推荐采用以氢气作为平衡气的气体标准样品。气体标准样品中组分含量应与样品气浓缩后的相应组分含量相近。

标准样品气不经过浓缩直接进样分析。

### B.4 测定条件

#### B.4.1 载气、辅助气

仪器工作所需载气和辅助气参照相应的仪器说明书。

#### B.4.2 浓缩柱

浓缩柱 1：用于浓缩样品中氧+氩、氮组分。长约 30 cm、内径 4 mm 的不锈钢管，内装粒度为 0.25 mm~0.40 mm 的活性炭；或其他等效浓缩柱。浓缩柱通氢气在 160 °C 活化 4 h 后使用，浓缩温度为液氮温度（液氮浴），脱附温度为室温水浴。

浓缩柱 2：用于浓缩样品中一氧化碳、二氧化碳和甲烷组分。长约 30 cm、内径 4 mm 的不锈钢管，内装粒度为 0.25 mm~0.40 mm 的变色硅胶；或其他等效浓缩柱。浓缩柱通氢气在 160 °C 活化 4 h 后使用，浓缩温度为液氮温度（液氮浴），脱附温度为 80 °C 水浴。

### B.5 浓缩进样步骤

#### B.5.1 气路系统可靠性检查和空白值的测定

把变温浓缩装置接入气相色谱仪气路系统，按仪器说明书开启仪器至稳定。关闭浓缩柱后在其上套上液氮浴浓缩约 5 min 后，取下液氮浴，并迅速使浓缩柱处于脱附水浴中，然后将载气通过浓缩柱，记录色谱信号，无色谱信号为正常。否则，应当检查浓缩进样装置气路系统直至无色谱信号。此后使载气通过浓缩柱，注意观察并严防空气吸入浓缩进样装置的情况下浓缩载气 5 min，测定色谱系统空白值，空白值应低于本部分高纯氢或超纯氢的相应指标。

#### B.5.2 取样

选取适当的针形取样阀，把样品气接入浓缩进样系统，充分置换取样管路，使所取样品气具有代表性。

#### B.5.3 浓缩

调节样品气以 1.0 L/min~1.5 L/min 的流速通过浓缩柱，置换浓缩柱 2 min~3 min 后关闭浓缩柱出口，然后将浓缩柱缓慢套上液氮浴，待垫气结束后打开浓缩柱出口，使样品气流经流量计后放空。

样品气的浓缩体积由被测组分含量和仪器的检测限确定。样品气的体积由流量计计量。

#### B.5.4 进样

浓缩完毕，关闭浓缩柱入口，取下液氮浴，在室温水浴下放掉解吸的氢，解吸的这部分氢也要流经流量计计量，关闭浓缩柱出口，载气通过浓缩柱把待测组分带入色谱分析柱。

平行测定气体标准样品和样品气至少两次，直至相邻两次测定的待测组分的色谱响应值的相对偏

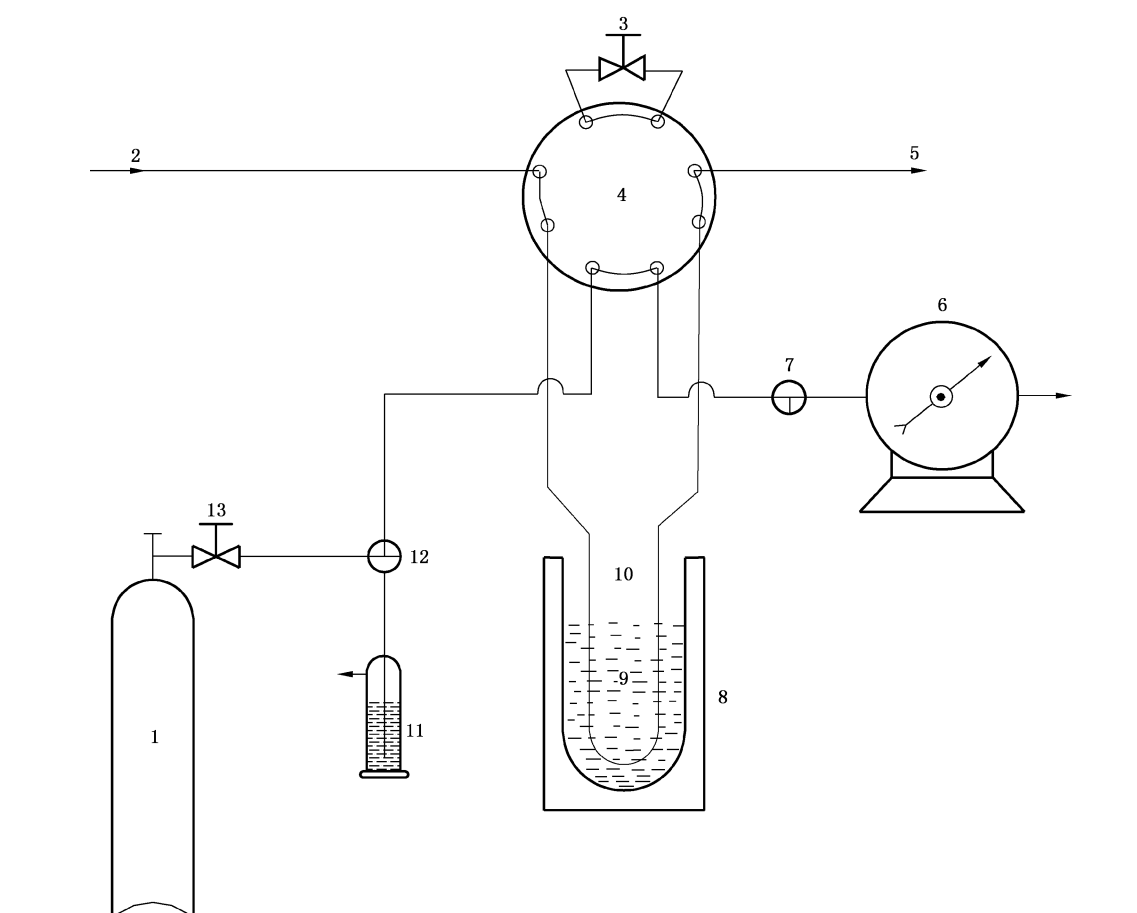
**附录 B**  
(资料性附录)  
**变温浓缩进样装置示例**

**B.1 方法**

采用液氮浴温度浓缩已知体积的样品,在常温下解吸样品,用载气把浓缩后的待测组分带入气相色谱仪的色谱柱分离后进入检测器进行测定。

**B.2 仪器**

采用热导气相色谱仪或氢火焰气相色谱仪,配备液氮浴变温浓缩进样装置。实现成套仪器对氢中待测组分的检测限分别应低于本部分表 1 所列相应技术指标的 1/4。图 B.1 给出了变温浓缩进样装置的气路流程示意图。



说明:  
1—样气瓶; 5—载气出口; 9—液氮或水; 12—三通阀;  
2—载气入口; 6—流量计; 10—浓缩柱; 13—针形取样阀;  
3—气路平衡调节阀; 7—三通阀; 11—鼓泡器;  
4—八通阀; 8—液氮容器或水容器;

图 B.1 参考的变温浓缩气路流程示意图

## 前 言

GB/T 3634《氢气》分为两个部分:

第 1 部分:工业氢;

第 2 部分:纯氢、高纯氢和超纯氢。

本部分为 GB/T 3634 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 7445—1995《纯氢、高纯氢和超纯氢》,与 GB/T 7445—1995 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

——修改适用范围(见第 1 章,1995 年版的第 1 章);

——修改规范性引用文件(见第 2 章,1995 年版的第 2 章);

——修改氩组分要求(见第 3 章,1995 年版的第 3 章);

——增加集装格装和氢罐车装产品的检验规则(见 4.2、4.3 和 4.5),修改高纯氢检验规则(见 4.2、4.3,1995 年版的 5.4);

——试验方法中增加电化学法测定氧含量,增加氦离子化气相色谱法并编入本版的附录 A,增加热导气相色谱仪测定氢中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的含量(见 5.2,附录 A);

——修改变温浓缩进样气路并编入附录 B(见附录 B,1995 年版的图 1)。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国气体标准化技术委员会(SAC/TC 206)归口。

本部分起草单位:西南化工研究设计院、江苏天鸿化工有限公司、南京特种气体厂有限公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、光明化工研究设计院。

本部分主要起草人:王少楠、蔡体杰、沈涛、沈卫明、陈军、方华、张军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB 7445—1987、GB 7446—1987、GB/T 7445—1995。