

中华人民共和国国家标准

工业用乙烯、丙烯中微量一氧化碳和 二氧化碳的测定 气相色谱法

GB/T 3394—93

代替 GB 3394—82

Ethylene and propylene for industrial use
—Determination of traces of carbon monoxide and carbon dioxide
—Gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

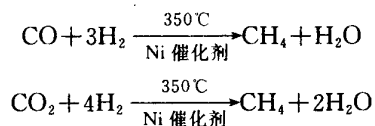
本标准规定了工业用乙烯、丙烯中微量一氧化碳、二氧化碳含量测定的气相色谱法。
本标准适用于乙烯、丙烯中浓度大于 1 mL/m³ 一氧化碳、浓度大于 5 mL/m³ 二氧化碳的测定。

2 引用标准

GB/T 13289 工业用乙烯液态和气态采样法
GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯液态采样法

3 方法提要

气体试样通过进样装置注入并被载气带入色谱柱,使一氧化碳和二氧化碳与其他组分分离,并进入催化加氢柱,使一氧化碳、二氧化碳转化为甲烷后用氢火焰离子化检测器进行检测,并记录其色谱图,按外标法计算一氧化碳和二氧化碳含量。一氧化碳和二氧化碳转化成甲烷反应方程式如下:



4 材料及试剂

4.1 载气

氢气:纯度大于 99.9%,经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.2 辅助气

4.2.1 氮气:纯度大于 99.99%,经 5A 分子筛干燥、净化。

4.2.2 空气:经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.3 一氧化碳

纯度大于 99%以上的商品一氧化碳,也可用下法制备纯一氧化碳:

用甲酸和浓硫酸在水浴上加热至 80℃脱水制得的一氧化碳经 50%碱液、焦性没食子酸碱溶液,再经氯化钙和五氧化二磷进行净化、干燥。待容器中空气排尽后,即可进行收集,纯度达 99%以上。

4.4 二氧化碳

纯度大于 99%以上的商品二氧化碳,也可用下法制备纯二氧化碳:

用碳酸钠与稀盐酸作用,经浓硫酸干燥后制得,纯度可达 99%以上。

4.5 镍催化剂的制备

称取硝酸镍 200 g 溶于 90 mL 蒸馏水中,加入 80 g 6201 载体(或其他适宜载体),煮沸 5~10 min 后,冷却,除去滤液。并将其置于蒸发器中,在 105℃ 条件下烘干,再在电炉上缓缓加热(应在通风橱内进行)。直至红棕色二氧化氮赶尽为止,然后在氮气流中,控制在 450℃ 条件下灼烧 7 h,得到氧化镍催化剂。装入清洁、干燥的不锈钢柱管中,于 350~380℃ 条件下通氢气(约 50 mL/min)4 h,使其形成还原镍催化剂即可使用。制得的还原镍催化剂应密封保存,防止与空气接触降低催化活性。

5 仪器

为配有氢火焰离子化检测器、并附有催化加氢装置及载气反吹系统的气相色谱仪,该仪器对本标准所规定的最低检测浓度下的一氧化碳和二氧化碳所产生的峰高应大于噪声的两倍。

5.1 进样系统

气体进样阀,定量管容积 1~3 mL。

5.2 色谱柱

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1。能达到同等分离效能的其他色谱柱亦可使用。

表 1 推荐的色谱柱及典型操作条件

色谱柱	TDX-01 或上试 601
柱管材质	不锈钢
柱长, m	1
内径, mm	3
固定相粒径, mm	0.177~0.250
载气	H ₂
载气流速, mL/min	50
柱温, °C	100

5.3 催化加氢柱。操作条件见表 2。

表 2 催化加氢柱操作条件

柱长, m	0.1~0.2
内径, mm	4
柱管材质	不锈钢
柱温, °C	350~380
载体	6201, 0.420~0.250mm(40~60 目)

5.4 检测器

氢火焰离子化检测器。

5.5 记录装置

记录仪、积分仪或色谱数据处理机。

6 取样

按 GB/T 13289、GB/T 13290 规定的技术要求采取样品。