



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8981—2008  
代替 GB/T 8981—1988

## 气体中微量氢的测定 气相色谱法

Determination of trace hydrogen in gases—Gas chromatographic method

2008-05-15 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

本标准代替 GB/T 8981—1988《气体中微量氢的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 8981—1988 比较,主要差异如下:

——修改了适用范围(见第 1 章);

——增加了检测限确认(本标准的 8.3)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

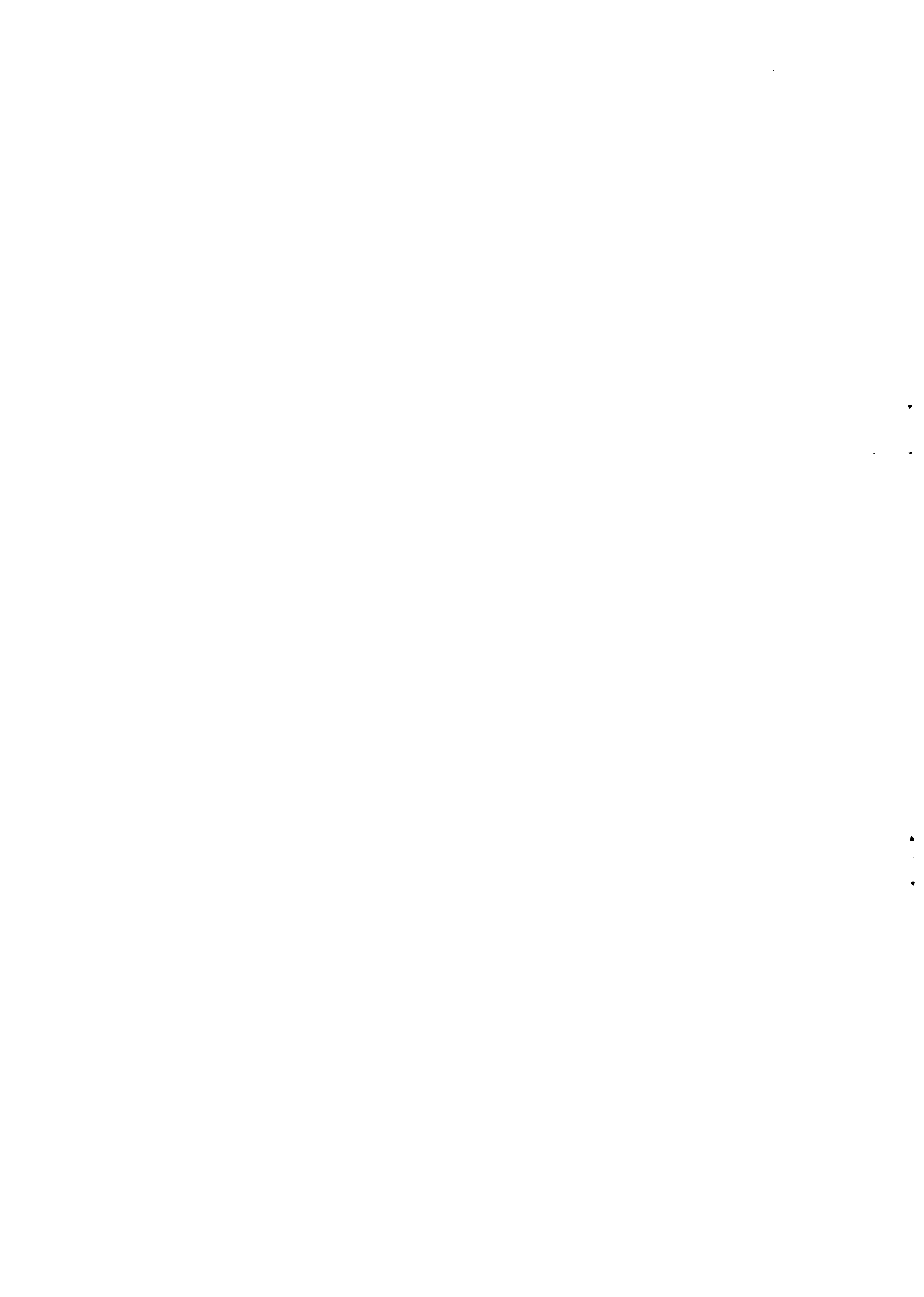
本标准由全国气体标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:西南化工研究设计院。

本标准主要起草人:何道善、陈雅丽、张军、代高立。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8981—1988。



## 气体中微量氢的测定 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了气体中的微量氢的气相色谱测定方法。

本标准适用于氮、氩、氧、空气、氦、氙及灯泡用氩等气体中微量氢的测定,也适用于医学和电力等领域。测定范围为  $0.02 \sim 100 \times 10^{-6}$  (体积分数)。

当待测样品中含有  $200 \times 10^{-6}$  (体积分数)以上的氦或  $1000 \times 10^{-6}$  (体积分数)以上的氩时,将对氢的测定产生干扰。此时需将氢与氦、氩分离之后本标准方能适用。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

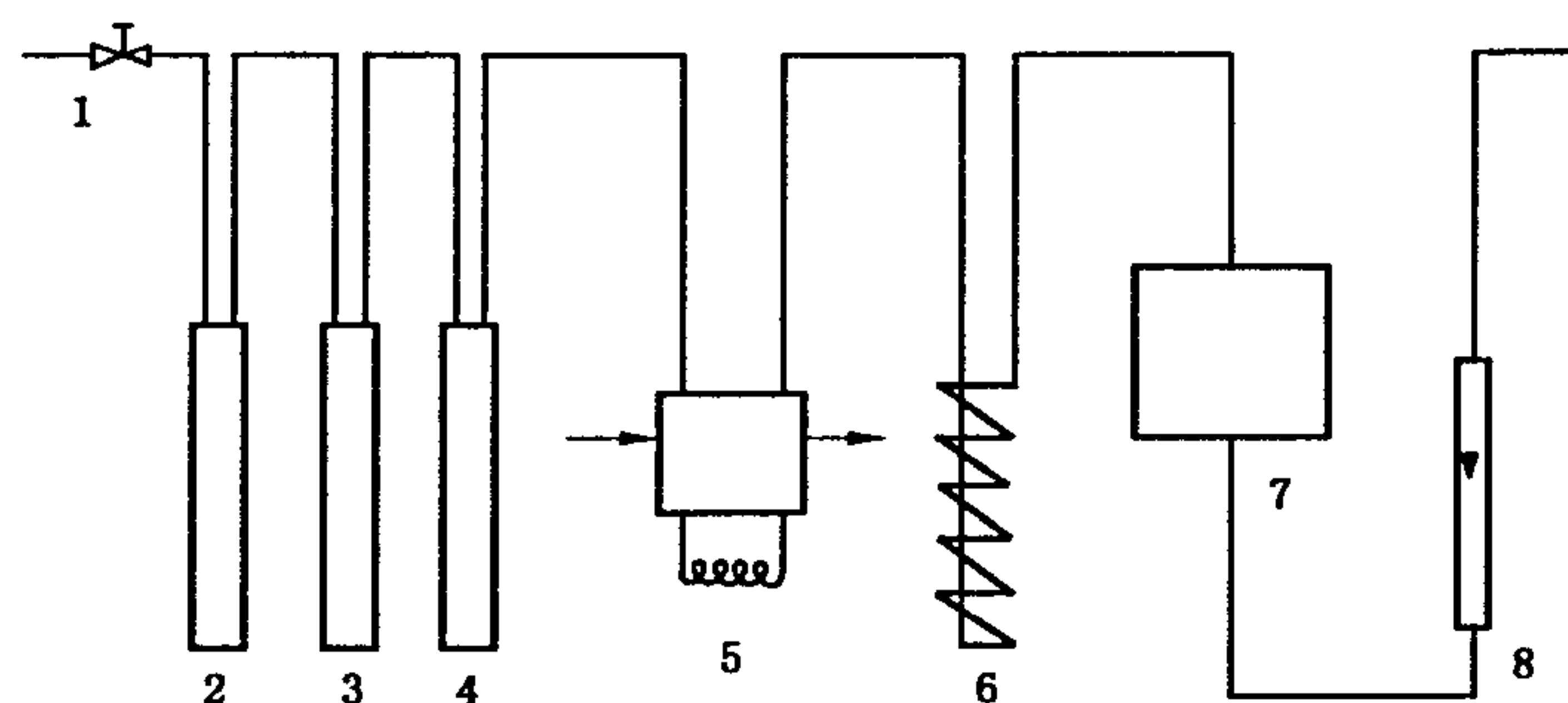
### 3 方法提要

本法采用气敏半导体(气敏电阻)作为色谱检测器。被检测组分氢被载气带入色谱柱分离后进入检测器,引起气敏半导体电导率的变化,给出的电压信号在一定范围内与氢的含量成正比。将样品中氢的信号与标准样品中氢的信号相比较而定量。

### 4 仪器

采用带有气敏半导体检测器的气相色谱仪。检测限: $0.02 \times 10^{-6}$  (体积分数)。

仪器的色谱流程如图 1 所示。



- 1——调节阀;
- 2,4——变色硅胶干燥管;
- 3——AgX 分子筛(氧化态)净化管;
- 5——进样器;
- 6——色谱柱;
- 7——检测器;
- 8——流量计。

图 1 色谱流程图



## 5 测定条件

- 5.1 载气:空气(或氧气),流速 20 mL/min~40 mL/min。也可以采用惰性气体作载气。
- 5.2 色谱柱:长约 1.5 m,内径 3 mm~4 mm 不锈钢柱,内装 0.25 mm~0.4 mm 5A 分子筛。
- 5.3 仪器的操作条件按仪器使用说明书和检测灵敏度选定。
- 5.4 样品体积:0.5 mL~2 mL。
- 5.5 检测器及色谱柱温度:室温。

## 6 准备工作

### 6.1 硅胶干燥管的准备

将变色硅胶于烘箱中在略高于 100℃ 温度下干燥脱水至完全变为蓝色,装入干燥管备用。

### 6.2 AgX 分子筛净化管的准备

将 AgX 分子筛置于马福炉中,按 AgX 分子筛使用说明书,缓慢升温至约 500℃,保持约 2 h 后取出,置于干燥器中冷却,装入净化管备用。

### 6.3 色谱柱的准备

将 425 μm~250 μm 的 5A(或 13X)分子筛于马福炉中在约 500℃ 下活化 4 h~6 h,取出置于干燥器中冷至室温,装入色谱柱备用。或将装有分子筛的色谱柱在约 300℃ 下通干燥氩(或氮)气活化 6 h~8 h,冷却后备用。

### 6.4 仪器的准备

将已准备好的干燥管、净化管、色谱柱按色谱流程图接入色谱仪。开启载气并调节流速至选定值。开启仪器电源,按仪器使用说明书和检测灵敏度的要求选定仪器操作条件,至仪器工作稳定。

## 7 标准样品

7.1 测定用标准样品通常为定值组分氢和稀释气组成的二元混合气。也可使用三元以上混合气,但其余组分应对氢的测定不产生干扰。

7.2 标准样品中氢的含量应与待测样品中氢的浓度相近,通常不大于被测样品中氢含量的 200%,也不小于被测样品中氢含量的 50%。

7.3 标准样品的稀释气应与待测样品气主成分相同。

## 8 测定步骤

### 8.1 采样

8.1.1 采样中的安全事项应按照 GB 3723 的规定。

8.1.2 气态样品的采样原则及一般规定应符合 GB 6681 的规定。

8.1.3 压缩气体的采样应使用减压阀减压,在用样品气以至少 3 次升、降压的方法充分置换之取得代表样后,经采样管直接送入分析仪器。

8.1.4 液化气体采样应符合 GB 6680 的规定。将所采样品汽化后直接送入分析仪器。

8.1.5 管道输送气体在采样点采取试样,经采样器或采样管将试样送入色谱仪。

8.1.6 常压或负压样品采用抽吸器将样品直接送入分析仪器。

### 8.2 标定

将标准样品经采样管与仪器连接。开启试样充分吹扫取样系统直至取得代表样后,转动取样阀,向仪器进样。测量仪器响应值(峰面积或峰高)。重复进样至少 3 次,直至响应值偏差小于 5%时取其平均值  $A_s$ (或  $h_s$ )。

### 8.3 确认仪器检测限

按下述步骤确认仪器检测限符合要求：

- a) 在标定条件下，测量仪器噪声  $N$ 。
- b) 按式(1)计算仪器对氢的检测限：

$$D = \frac{2N \times \phi_s}{h} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $D$ ——检测限(体积分数),  $10^{-6}$ ；  
 $N$ ——标定条件下仪器噪声, 单位为毫米(mm)；  
 $\phi_s$ ——标准样品中氢的含量(体积分数),  $10^{-6}$ ；  
 $h$ ——标定条件下标准样品中氢的响应值, 单位为毫米(mm)。

### 8.4 测定

将样品气经取样管与仪器连接。开启试样充分吹扫取样系统直至取得代表样后，转动取样阀向仪器进样。测量仪器响应值(峰面积或峰高)。重复进样至少3次，直至响应值相对偏差小于5%时取其平均值  $A_i$ (或  $h_i$ )。

## 9 结果处理

样品气体中氢的含量以体积分数表示，按式(2)计算：

$$\phi_i = \phi_s \times \frac{A_i(\text{或 } h_i)}{A_s(\text{或 } h_s)} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $\phi_i$ ——样品气中氢的含量(体积分数),  $10^{-6}$ ；  
 $\phi_s$ ——标准样品中氢的含量(体积分数),  $10^{-6}$ ；  
 $A_i$ (或  $h_i$ )——样品气中氢的色谱峰面积, 单位为平方毫米( $\text{mm}^2$ )[或峰高, 单位为毫米(mm)]；  
 $A_s$ (或  $h_s$ )——标准样品中氢的色谱峰面积, 单位为平方毫米( $\text{mm}^2$ )[或峰高, 单位为毫米(mm)]。

## 10 报告

报告至少应包括下列内容：

- a) 有关样品的全部信息，例如样品的名称、编号、采样点、采样日期和时间等；
- b) 分析结果：以体积分数表示的氢在试样中的含量；
- c) 分析日期；
- d) 分析员姓名和审核者姓名；
- e) 测定条件及测定时观察到的异常及说明；
- f) 不包括在本标准中的其他操作及其说明；
- g) 执行本方法标准代号等。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
气 体 中 微 量 氢 的 测 定 气 相 色 谱 法  
GB/T 8981—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

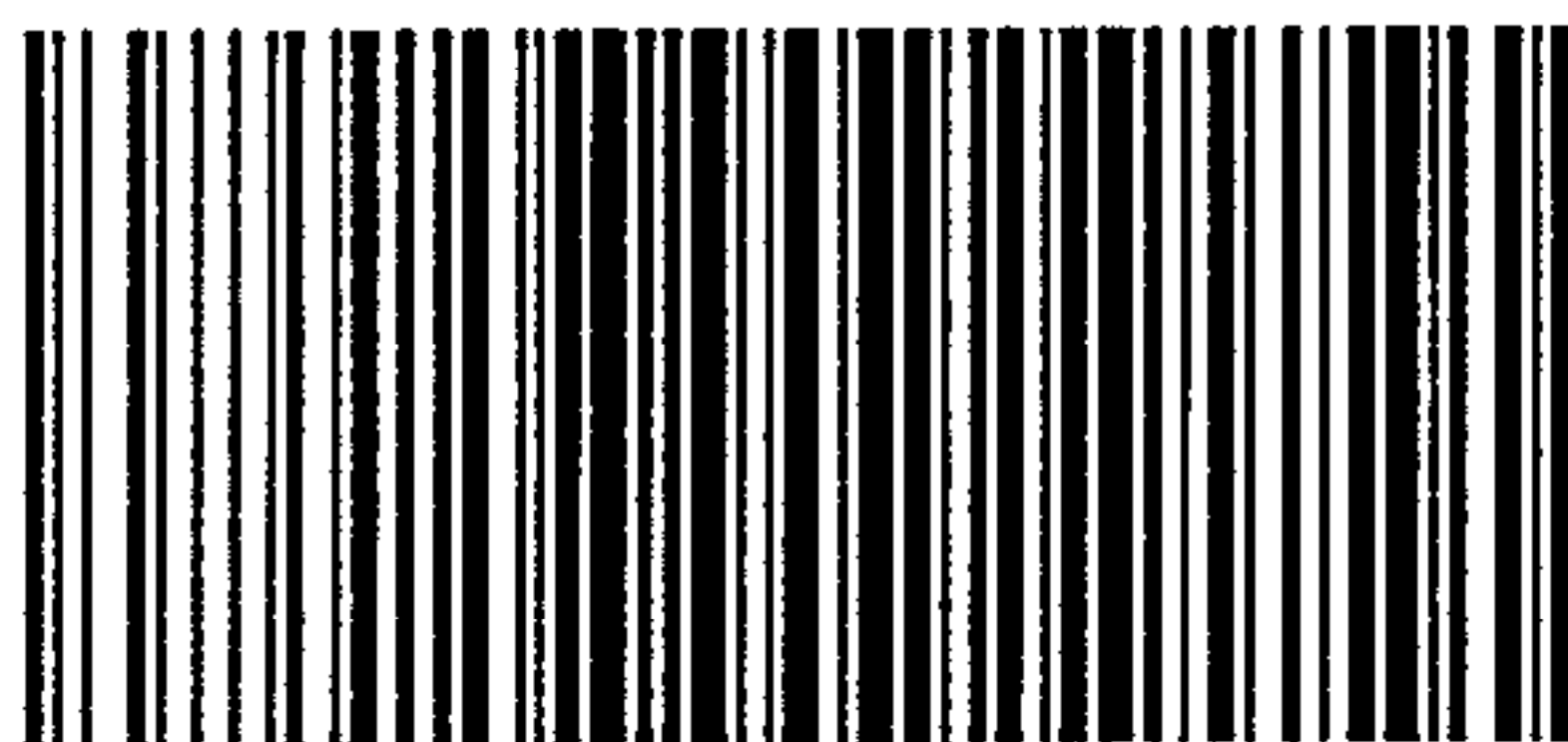
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-32613

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)68533533



GB/T 8981—2008