

ICS
CCS

团 体 标 准

T/CCASC XXXX—202X

电石渣中乙炔含量测定 气相色谱法

(征求意见稿)

Determination of acetylene content in calcium carbide slag Gas chromatography

202X—XX—XX 发布

202X—XX—XX 实施

中国氯碱工业协会 发布

目 次

目次	I
前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 试剂	2
6 仪器设备	2
7 样品	3
8 试验步骤	3
9 检出限	4
10 标准偏差	4
附录 A（资料性） 气相色谱仪操作程序及参考条件	5
附录 B（资料性） 电石渣中乙炔含量标准曲线示意图和乙炔色谱图	7
参考文献	8

前 言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国氯碱工业协会标准化工作委员会提出并归口。

本文件主要起草单位：XX。

本文件参与起草单位：XX。

本文件主要起草人：XX。

本文件由中国氯碱工业协会负责管理和解释。执行过程中如有意见或建议，请寄送中国氯碱工业协会（地址：天津市南开区白堤路186号天津电子科技中心1105室；邮编：300192；电话022—27428255），以便今后修订时参考。

电石渣中乙炔含量测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了气相色谱法测定电石渣中乙炔含量的方法原理、试剂、仪器设备、样品、试验步骤、检出限和精密度。

本文件适用于湿法乙炔工艺电石渣中乙炔含量的测定。干法乙炔工艺电石渣中乙炔含量测定可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 30431 实验室气相色谱仪

JY/T 0574—2020 气相色谱分析方法通则

3 术语和定义

JY/T 0574—2020界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

气相色谱法 gas chromatography; GC

用气体作为流动相的色谱法。它利用物质在流动相与固定相中分配系数的差异，当两相作相对运动时，试样组分在两相之间进行反复多次分配，各组分因分配系数不同而得到分离，然后随流动相（气体）的移动而进入适当的检测器以实现定性和定量分析。

[来源：JY/T 0574—2020，3.1]

3.2

色谱柱 chromatographic column

内有固定相用于分离试样混合组分的柱管。

[来源：JY/T 0574—2020，3.5]

3.3

检出限 limit of detection

气相色谱分析时，在给定的可靠程度内可以从样品中检测测测物质的最小浓度或最小量。

[来源：JY/T 0574—2020，3.13，有修改]

4 方法原理

根据亨利定律，随着温度的升高，气体在溶液中的溶解度降低。本方法将适量的电石渣试样盛放在密闭的取样器内，试样中的乙炔气体在一定温度下充分挥发并达到热力学动态平衡，吸取容器上部气体试样，通过进样装置被载气带入填充柱或毛细管色谱柱，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，记录待测组分的色谱峰面积，采用外标法定量。

5 试剂

5.1 标准气体

乙炔，体积分数不低于 99.0%。

5.2 载气

氮气，体积分数不低于 99.99%，经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

5.3 燃烧气

氢气，体积分数不低于 99.99%。

5.4 助燃气

空气，经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪，具有氢火焰离子化检测器（FID），符合 GB/T 30431 规定的要求，灵敏度稳定性符合 GB/T 9722 的规定。

6.2 色谱柱，60 目~80 目二乙烯苯、三氯乙烯共聚物填充色谱柱，2 m×3 mm，或具有同等分离效果的色谱柱。

6.3 取样瓶，容量为 500 mL，主体为细口硼硅酸玻璃，瓶帽和密封圈为聚丙烯，含橡胶密封垫片，有刻度标识，如图 1。



图 1 取样瓶示意图

6.4 恒温水浴锅，温度可控制在 $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，或具有同等恒温效果的其他设备，具备振荡功能。

- 6.5 进样器，气密进样注射器，容量为 1 mL。
- 6.6 烧杯，容量为 500 mL。
- 6.7 电子天平，精度为 0.01 g。
- 6.8 计时器。

7 样品

取压滤后的湿电石渣配制成含固质量分数为 12%的电石渣浆，取配制好的 200 mL 电石渣浆于 500 mL 取样瓶中，密封，于 80 °C 恒温水浴锅中恒温 30 min，期间对样品进行摇晃、振荡，保证试样中乙炔气充分挥发，用注射器量取 0.5 mL 取样瓶上方气体。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

按照气相色谱仪的使用说明书或作业指导书做好试验准备。本文件推荐测定乙炔含量的色谱柱及操作条件和典型色谱图参见附录 A，具有同等分离和定量效果的其他色谱柱和分析条件也可使用。

8.2 标准曲线建立

标准曲线建立步骤如下：

- a) 取压滤后的湿电石渣配制成含固质量分数为 12%的电石渣浆；
- b) 取配制好的 200 mL 电石渣浆于 500 mL 取样瓶中，准确吸取 0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10 mL 标准乙炔气（5.1）注入 5 个取样瓶中，密封；
- c) 5 个取样瓶置于恒温水浴锅中恒温 30 min，恒温过程中应对样品进行不断振荡，保证试样中乙炔气充分挥发；
- d) 用注射器量取 0.5 mL 取样瓶上方气体，迅速注入色谱仪，检测乙炔色谱峰面积；
- e) 每个样品瓶测定 5 次，取平均值；
- f) 以乙炔含量(单位 mg/kg)为横坐标(即 2.5483 mg/kg、5.0966 mg/kg、12.7415 mg/kg、25.4829 mg/kg 和 50.9658 mg/kg)，对应的峰面积为纵坐标建立标准曲线，曲线示意参见附录 B。

8.3 试样测定

试样测定步骤如下：

- a) 量取待测试样 200 mL，置于 500 mL 取样瓶中迅速密封；
- b) 将取样瓶置于 80 °C±1 °C 恒温水浴锅中恒温 30 min，恒温过程中应对样品进行不断振荡，保证试样中乙炔气充分挥发；
- c) 用注射器量取 0.5 mL 取样瓶上方气体，迅速注入色谱仪，得到测试样品峰面积 A；
- d) 将试样测得的乙炔含量的色谱峰面积 A_测代入工作曲线线性回归方程中得到乙炔浓度；
- e) 取两次平行测定结果的算数平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02。

9 检出限

本测定方法的检出限为 0.0098 mg/kg。

10 标准偏差

电石渣浆中乙炔含量 6 次平均测定的标准偏差不大于 0.22%。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试验温度；
- b) 试验时间；
- c) 检测人；
- d) 试验结果说明。

附录 A

(资料性)

气相色谱仪操作程序及参考条件

A.1 气相色谱仪操作程序

A.1.1 开机操作

气相色谱仪开机操作如下：

- a) 仪器检查无异常，开启电压稳压器：工作指示灯亮，电压指针在 220 V 红色区域，具备开机条件；
- b) 开启低噪普空气泵和氢气发生器：空气泵压力大于 60 psi，工作指示灯显示为红色开启完成；氢气发生器压力大于 40 psi，流量由 300 mL/min 降为 0 mL/min 为开启完成；
- c) 开启氮气发生器：压力大于 55 psi 后，按下“切换开关”按钮，流量由 500 mL/min 降为 0 mL/min 为开启完成；
- d) 开启气相色谱仪主机：初始化完毕，进入显示屏界面进行参数检查（进样器温度 100 °C、柱箱温度 100 °C、检测器温度 200 °C，空气流量 450 mL/min、氮气流量 30 mL/min、氢气流量 45 mL/min、柱前压大于 25 psi），界面警示灯由红变绿显示 Ready，点火，电流信号显示 0.2 mV 左右，开启完成；
- e) 开启色谱工作站；
- f) 进样检测系统是否运行正常，良好则开机完毕。

A.1.2 关机操作

气相色谱仪关机操作为开机的逆向操作：

- a) 关闭色谱工作站；
- b) 关闭气相色谱仪主机：关闭柱箱加热，进样器、检测器温度设为关闭，进样口温度降至 80 °C 以下，柱温箱的温度降至 50 °C 以下，检测器温度降至 100 °C 以下后，关闭主机电源；
- c) 关闭氢气发生器：关闭开关即可；
- d) 关闭氮气发生器、空气泵：待气相色谱仪主机各温度下降为规定温度后关闭氮气发生器，关闭空气泵；
- e) 关闭电压稳压器，关机完成。

A.2 气相色谱仪参考条件

气相色谱仪参考条件如下：

- 柱箱温度：100 °C
- 进样口温度：100 °C
- 检测器温度：200 °C
- 氮气流量：30 mL/min
- 氢气流量：45 mL/min

——空气流量：450 mL/min

——柱前压：大于 25psi

附录 B

(资料性)

电石渣中乙炔含量标准曲线示意图和乙炔色谱图

B.1 电石渣中乙炔含量标准曲线示意

电石渣中乙炔含量标准曲线示意如下：

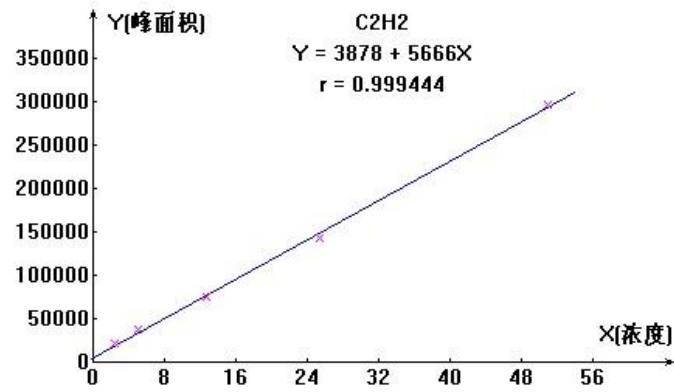


图 B.1 电石渣中乙炔含量标准曲线示意图

B.2 乙炔色谱图

乙炔色谱图如下：

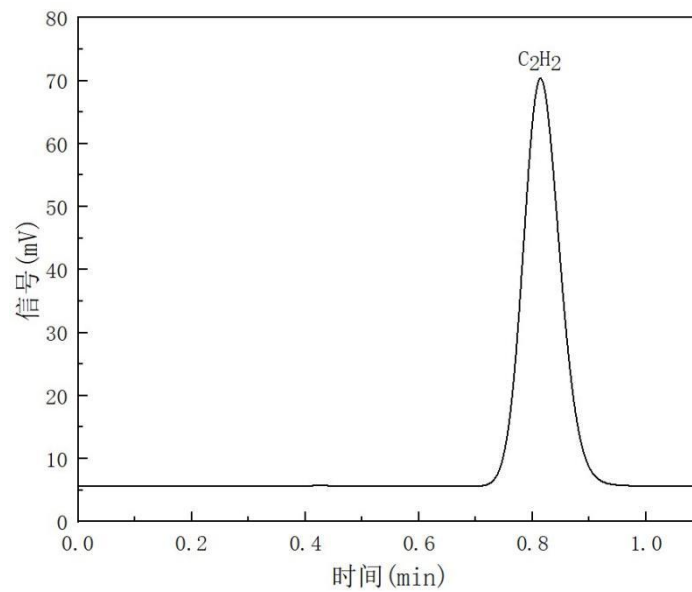


图 B.1 乙炔色谱图

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379 测量方法与结果的准确度
 - [2] GB/T 6680 液体化工产品采样通则
 - [3] GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
 - [4] GB/T 27415 分析方法检出限和定量限的评估
 - [5] GB/T 30430 气相色谱仪测试用标准色谱柱
 - [6] GB/T 35655 化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南色谱分析
-