ICS 71.080.15
G 17

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4496—2015

焦炉煤气　硫化氢含量的测定　气相色谱法

Coke oven gas—Determination of the hydrogen sulfide content—Gas chromatography

大连蓝天中意科技有限公司

2015-07-14 发布　　2016-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位:武汉钢铁(集团)公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:刘翠霞、王兰、张广义、谢广粤、张贺娟、张峥、白汉芳、郑景须。

本标准为首次发布。

大连蓝天中意科技有限公司

焦炉煤气　硫化氢含量的测定　气相色谱法

1　范围

本标准规定了焦炉煤气中硫化氢含量的气相色谱测定的原理、仪器和材料、采样、分析步骤、结果计算、精密度和安全注意事项。

本标准适用于焦炉煤气中硫化氢含量的测定。

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安全通则

GB/T 8170　数值修约规则与极限数值的表示和判定

3　原理

用带有火焰光度检测器(FPD)的气相色谱仪，毛细管色谱柱进行分离检测焦炉煤气中硫化氢，通过外标法测定焦炉煤气中硫化氢的含量，以克/每立方米(g/m^3)表示。

4　仪器和材料

4.1　气相色谱仪：具有火焰光度检测器(FPD)、安装毛细管色谱柱的接口及分流、不分流装置，检测限为≤5×10^{-11} g/s 的气相色谱仪。

4.2　色谱工作站或色谱数据处理器。

4.3　色谱柱：GS-GASPRO 石英弹性毛细管柱，30m×0.32mm，FFAP(聚乙二醇类)石英弹性毛细管柱，30m×0.32mm×0.25μm，或能达到分离要求的毛细管色谱柱。

4.4　进样器：六通阀进样器，定量管体积为 1mL，材质为不锈钢。

4.5　载气：氮气，体积分数≥99.99%，用 5A 分子筛净化管净化。

4.6　燃烧气：氢气，体积分数≥99.99%。

4.7　助燃气：净化空气，经活性炭和硅胶过滤。

4.8　硫化氢标准样品：用硫化氢标准物质配制成与待测样品浓度相近的标准气体，用氮气作背景气。

4.9　采样器：不应与试验样品发生反应及吸附。

5　采样

5.1　采样安全应符合 GB/T 3723 的规定。

5.2　采样点应选在气流平稳的直管段管道上，与管道弯曲部分和截面形状急剧变化部分的距离，不小于管道直径的 1.5 倍。将内径 8mm，壁厚 1mm 的不锈钢取样管插入煤气主管中心 1/3 半径的断面内。取样管出口前装有取样阀。取样阀到取样容器之间用软质聚乙烯管或硅橡胶管连接，连接管应尽量短。

5.3　采样前先将煤气放散 5min～10min。

5.4　可采用铝箔袋或 100mL 玻璃注射器采样，采样时注意不要带入外界空气，至少用标准气体吹洗三次。

5.5　低浓度、高浓度样品的采样容器不能混用。

未经博天中意科技有限公司

5.6 取样时，采取适当的保温措施。

6 分析步骤

6.1 仪器条件

表 1 为典型气相色谱操作条件，允许根据实际情况作适当调节，但需符合下列要求：

a) 仪器的灵敏度控制在硫化氢的线性响应范围内。

b) 硫化氢与其他物质分离度 R 应大于 1.5。

表 1 典型气相色谱操作条件

项 目	指 标
色谱柱	GS-GASPRO 石英弹性毛细管柱 30m×0.32mm FFAP(聚乙二醇类)石英弹性毛细管柱 30m×0.32mm×0.25μm
检测器	FPD
柱箱温度	75℃
进样器温度	150℃
检测器温度	200℃
分流比	50∶1
色谱柱流量	2.5mL/min
氢气流量	50mL/min
空气流量	60mL/min
尾吹流量	50mL/min

6.2 定性分析

6.2.1 采用硫化氢标准样品对焦炉煤气中的硫化氢进行定性分析，如图 1 所示。

6.2.2 典型气相色谱操作条件下，焦炉煤气定性色谱图，如图 2 所示。

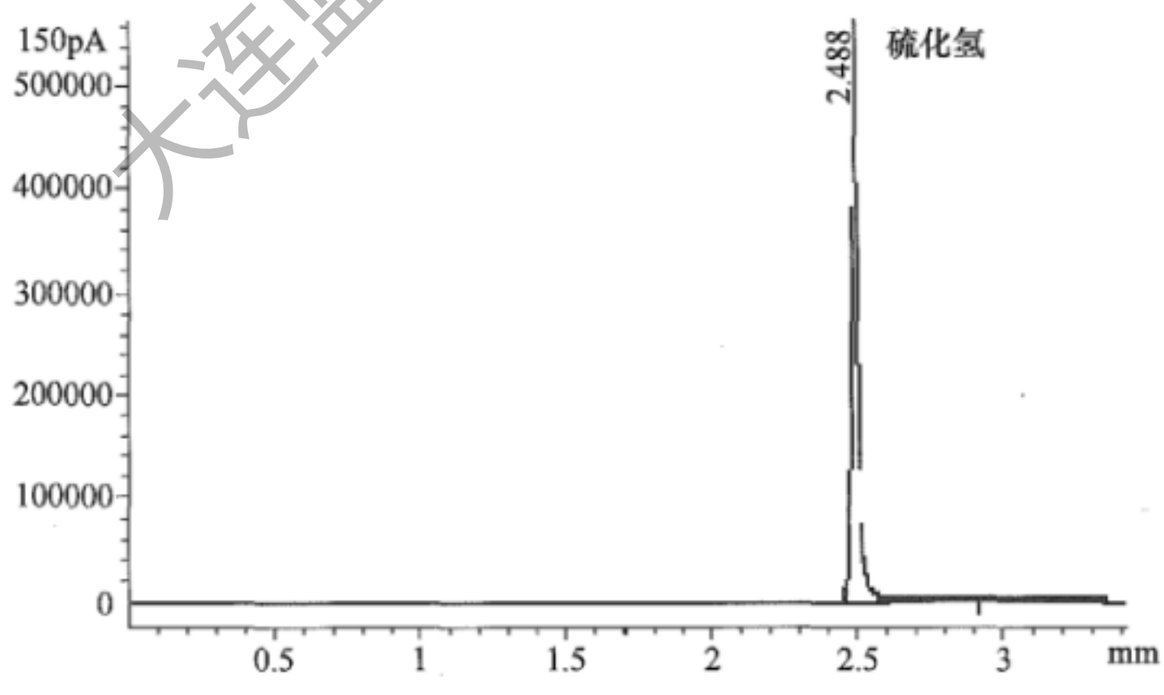


图 1 硫化氢标准样品色谱图

6.3 校准

6.3.1 定量方法

外标法定量。

6.3.2 检测范围

因火焰光度检测器型号、性能的差异，应根据不同浓度标准样品的分析结果，选择相应工作范围。

大连蓝天中意科技有限公司

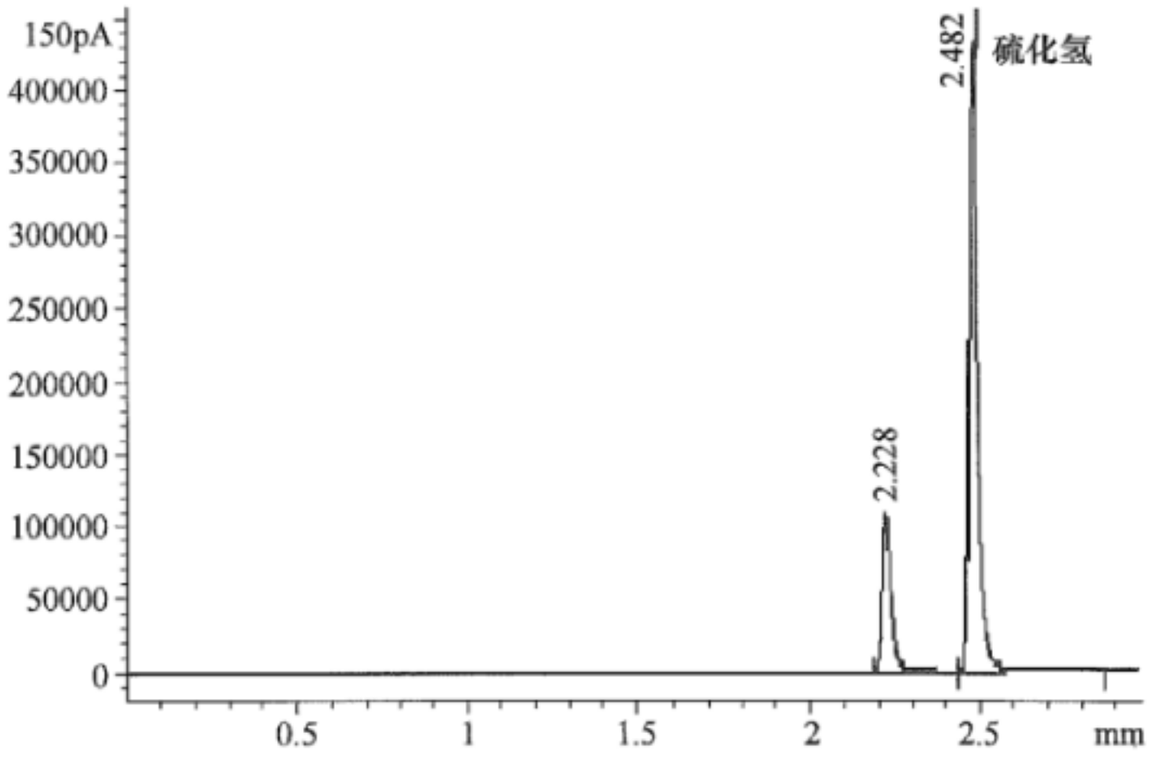


图 2　焦炉煤气样品色谱图

6.4　样品的测定

在 6.1 气相色谱操作条件下，待色谱仪稳定后，将样品与六通阀连接，给样品一定的压力，停留 5s～10s，同时按下仪器启动按钮，由色谱数据处理系统得到样品中硫化氢的峰面积。每个样品平行测定两次。

注 1：取样后必须在 1h 内分析。

注 2：硫化氢标准样品及待测样品进样的操作条件及采样容器应保持一致。

注 3：建议在六通阀前接一转子流量计，控制恒定流量，以确保压力的基本一致。

7　结果计算

单点检测分析按式(1)计算焦炉煤气中硫化氢的含量：

$$X(\mathrm{g/m^3}) = A \times \frac{C_s}{A_s} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——焦炉煤气样品中硫化氢组分的含量，单位为克每立方米($\mathrm{g/m^3}$)；

A——焦炉煤气样品中硫化氢组分的峰面积，单位为皮安秒或微伏秒(pA·s 或 μV·s)；

A_s——硫化氢标准样品的峰面积，单位为皮安秒或微伏秒(pA·s 或 μV·s)；

C_s——硫化氢标准样品的浓度，单位为克每立方米($\mathrm{g/m^3}$)。

8　精密度

硫化氢测定的精密度如表 2 规定。

表 2　重复性

硫化氢浓度/($\mathrm{g/m^3}$)	重复性/($\mathrm{g/m^3}$)
≤0.50	0.05
>0.50～1.00	0.08
>1.00～3.00	0.12
>3.00～5.00	0.16
>5.00～10.00	0.35
>10.00	0.50

大连蓝天中意科技有限公司

9 安全注意事项

9.1 焦炉煤气含有多种对人体有害杂质如一氧化碳、苯族烃、硫化氢、氰化物、焦油雾、氨、萘等。

9.2 焦炉煤气中硫化氢是强烈的神经毒素，对黏膜有强烈的刺激作用。

9.3 高浓度硫化氢易燃，与空气混合能形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸，与浓硝酸、发烟硫酸或其他强氧化剂剧烈反应发生爆炸。

9.4 在工作场所取样时应站在上风口，必须使用个人防护用品(如一氧化碳报警器、防毒口罩、工作服、手套等)。

大连蓝天中意科技有限公司

YB/T 4496—2015

大连蓝天中意科技有限公司

中华人民共和国黑色冶金
行 业 标 准
焦炉煤气 硫化氢含量的测定
气相色谱法
YB/T 4496—2015
*
冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号
邮政编码:100009
北京七彩京通数码快印有限公司印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2015 年 11 月第一版 2015 年 11 月第一次印刷
*
统一书号:155024·0773 定价:25.00 元

155024·0773
9 715502 407738 >