

ICS 71.040.40
M 7453

T/JNM

济南计量测试学会团体标准

T/JNM 0003-2026

氢气中氨气、甲醛的测定
氦离子化气相色谱法

Determination of ammonia and formaldehyde in hydrogen-
Gas chromatograph with helium ionization detector

(发布稿)

2026-03-20发布

2026-03-23实施

济南计量测试学会 发布

目 录

前 言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语和计量单位	1
4 方法概要	1
5 试剂与材料	1
5.1 仪器用气	1
5.2 气体标准物质/标准样品	2
6 仪器与设备	2
6.1 气相色谱仪	2
6.2 气体稀释仪	3
7 仪器准备	3
7.1 色谱分离的典型条件	3
7.2 仪器状态准备	4
8 试验步骤	4
8.1 空白分析	4
8.2 样品校正分析	4
8.3 再次空白分析	4
8.4 样品分析	4
9 计算与结果	4
9.1 计算	4
9.2 结果	5
10 报告	5

前 言

本标准按 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

本标准由济南市计量检定测试院提出。

本标准由济南计量测试学会归口。

本标准起草单位：济南市计量检定测试院、朗析仪器（上海）有限公司、山东省计量科学研究院、淄博市检验检测计量研究总院、山东科技大学、山东农业大学、齐鲁工业大学、济南大学、济南达能动力技术有限责任公司。

主要起草人：李秀珍、艾貽霞、李朝清、李建浩、张泽琪、张文帅、李彦闰、樊晓翠、许爱华、梁彬、刘彩虹、张霞、贺琛、刘传军、李肇远、王晓璇、祝淑婷、李成、王军、王晓璇、刘家友、范军、魏伟、李飞、马磊、王文龙。

氢气中氨气、甲醛的测定 氦离子化气相色谱法

1 范围

本文件规定了采用氦离子化气相色谱仪配合浓缩解吸装置测定质子交换膜燃料电池汽车用氢气中氨气、甲醛的试验方法。

本文件适用于质子交换膜燃料电池汽车用氢气中氨气、甲醛含量的测定。同时也适用于各类用途氢气中的氨气含量不低于 $0.005\mu\text{mol/mol}$ ，甲醛含量不低于 $0.005\mu\text{mol/mol}$ 的组分测定。

2 引用文件

本标准引用了下列文件：

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 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 5274 气体分析校准用混合气体的制备称重法

GB/T 28726 气体分析 氦离子化气相色谱法

QCT812-2009 柴油机曲油箱油气分离器技术条件和实验方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 术语和计量单位

本文件中没有需要界定的术语和定义。

4 方法概要

将已知体积氢气样品通入浓缩装置，通过电子制冷方式或等效方式，浓缩除氢气以外待测组分于定量环中，通过切换阀将待测组分引入至预分析色谱柱1、3，再通过分析色谱柱2、4完成氨气、甲醛组分的定性分析。采用外标法计算氢气中氨气、甲醛组分的含量。

5 试剂与材料

5.1 仪器用气

载气：氦气，纯度不小于99.9999%。应提供足够压力以保证系统获得稳定的载气流量。

驱动气：空气（除尘除水）或者氮气，纯度不小于99.9%。应提供足够压力以保证系统阀体自动切换。

阀体保护气：氦气，纯度不小于99.9999%。

5.2 气体标准物质/标准样品

用作氢气样品中氨气、甲醛组分定性及定量的校准标准，应使用按照GB/T 5274配制的国家有证标准物质/标准样品。需要时，可采用气体稀释仪对标准物质/标准样品进行稀释，配制成特定含量的校正用气体标准物质/标准样品。

注：以下将气体标准物质/标准样品简称为气体标准样品。校正用气体标准物质/标准样品简称为校正样品。

6 仪器与设备

6.1 气相色谱仪

配置阀进样装置和氦离子化检测器、配有数据处理系统与浓缩解吸装置，管道需钝化处理。满足分析需求的气相色谱均可使用，典型的气相色谱系统流程图参见图1。

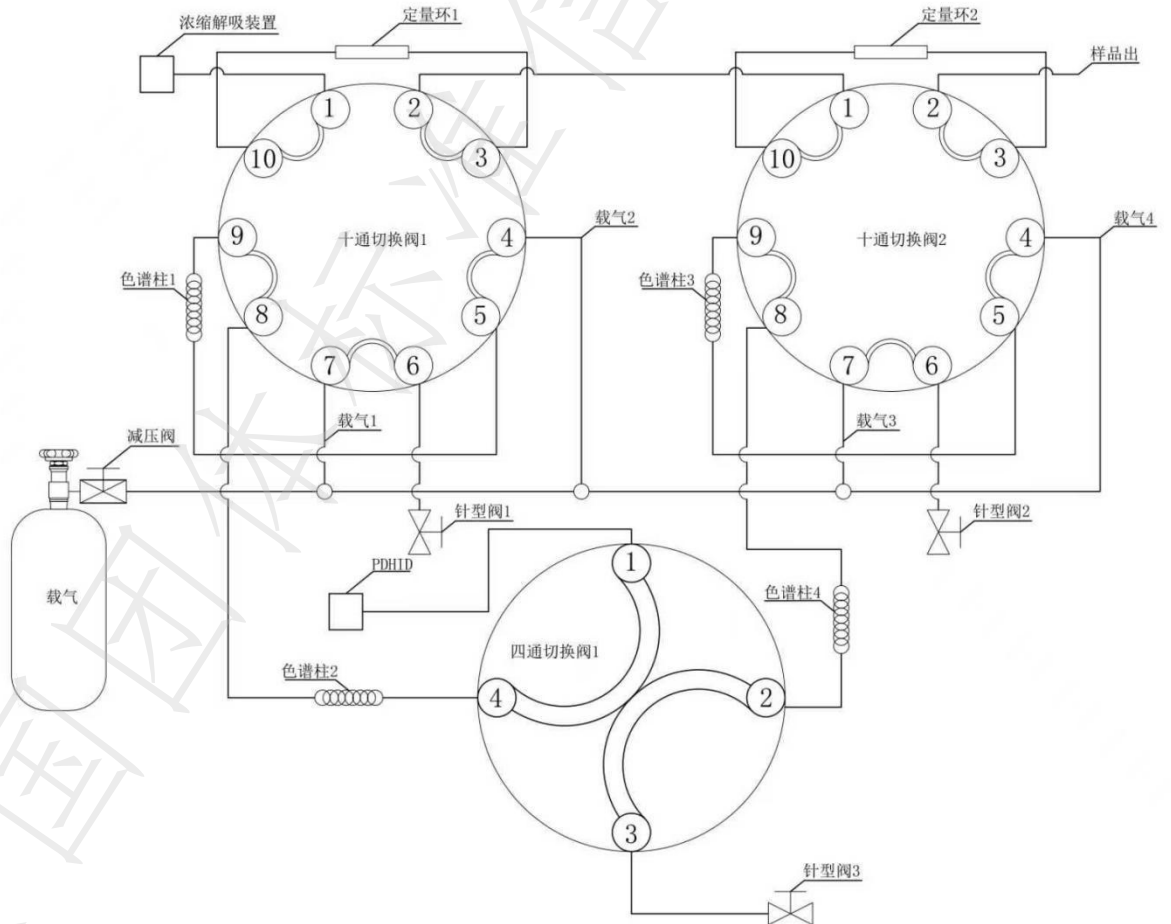


图1 典型氢气中氨气、甲醛组分测定气相色谱流程图

色谱柱：

色谱柱1：预分析色谱柱，用于非检测目标组分排空，推荐采用长75m，内径0.53mm，膜厚5 μ m的DB624或其它满足要求的色谱柱。

色谱柱2: 分析色谱柱, 用于氨气组分的分离, 推荐采用长75m, 内径0.53mm, 膜厚5 μ m的DB624或其它满足要求的色谱柱。

色谱柱3: 预分析色谱柱, 用于非检测目标组分排空, 推荐采用长50m, 内径0.53mm, 膜厚5 μ m的FFAP或其它满足要求的色谱柱。

色谱柱4: 预分析色谱柱, 用于甲醛组分的分离, 推荐采用长50m, 内径0.53mm, 膜厚5 μ m的FFAP或其它满足要求的色谱柱。

6.2 气体稀释仪

气体稀释仪的稀释倍数应不低于500倍, 稀释仪相对不确定度应不大于1%。

7 仪器准备

7.1 色谱分离的典型条件

调整气相色谱仪分离氨中氨气、甲醛组分的分析检测条件。典型的色谱分析检测条件如表1所示。典型的氨气、甲醛组分的色谱谱图详见图2、图3。

表1 典型色谱分析检测条件

参数类别	设定值
检测器	PDHID
载气与阀体保护气	纯度 \geq 99.9999%氮气
驱动气	纯度 \geq 99.9%除尘除水的空气或氮气
载气流速	载气1、2、3、4流速均为35mL/min
定量环体积	定量环1、2均为0.25mL
柱温	65 $^{\circ}$ C
十通切换阀1	0.01min开启
十通切换阀1	1.0min关闭
十通切换阀2	0.01min开启
十通切换阀2	1.0min关闭
四通切换阀1	4.0min开启
四通切换阀1	8.0min关闭

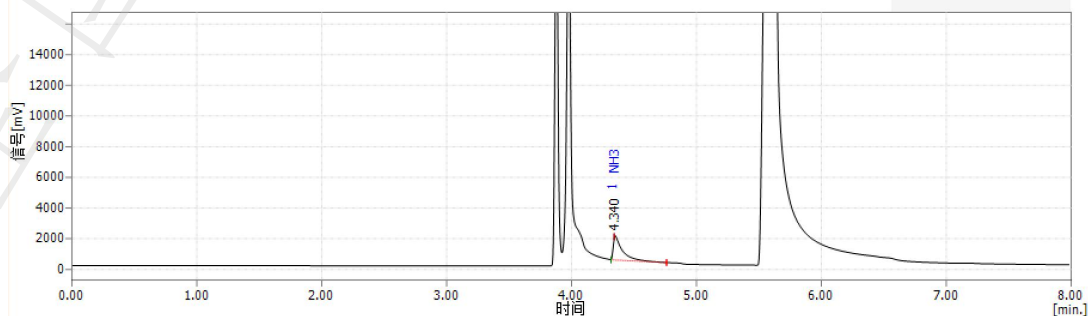


图2典型氨气中氨气的色谱谱图

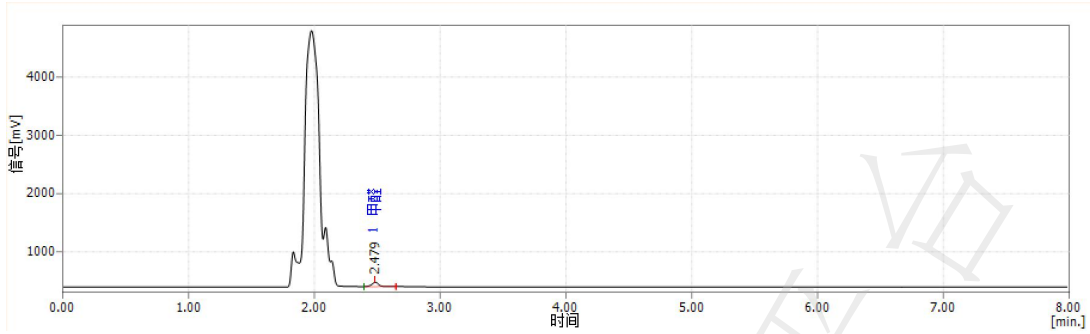


图3典型氢气中甲醛的色谱谱图

7.2 仪器状态准备

按照仪器制造商的使用说明书开启色谱仪与浓缩解吸装置。参照表1色谱分析检测条件，进行仪器的标定与校准等试验。

8 试验步骤

8.1 空白分析

采用通过纯化器的氢气（纯度不小于99.9999%）进行仪器空白检测，至NH₃、CH₂O组分流出时，基线信号波动不影响分析检测。

8.2 样品校正分析

采用气体标准样品或通过气体稀释仪配置的校正样品置换管路（时间不小于60s）后开始分析检测，平行测定至少两次，直至相邻两次测定组分的色谱峰面积响应值相对偏差不大于5%，取其平均值。

8.3 再次空白分析

重复8.1。

8.4 样品分析

采用样品置换管路（时间不小于60s）后开始分析检测，测试分析条件与气体标准样品校正完全相同，平行测定至少两次，直至相邻两次测定组分的色谱峰面积响应值相对偏差不大于5%，取其平均值，按照9.1给出的方法计算氢气中NH₃、CH₂O组分的含量。

注：样品采样中的安全注意事项应符合GB/T 3723规定。

9 计算与结果

9.1 计算

采用外标法进行组分定量分析，首先通过式（1）计算NH₃、CH₂O组分的响应因子。

$$F_s = \frac{C_s}{A_s} \quad (1)$$

式中： F_s ——NH₃、CH₂O组分的响应因子；

C_s —— NH_3 、 CH_2O 组分的标准浓度值，单位 $\mu\text{mol}/\text{mol}$ ；

A_s —— NH_3 、 CH_2O 组分的色谱峰面积，单位 $\text{pA}\cdot\text{s}$ ；

样品检测时可根据组分色谱峰面积值和测得的响应因子，按照公式（2）计算 NH_3 、 CH_2O 组分的含量。

$$C_i = A_i F_{s(i)} \quad (2)$$

式中： C_i —— NH_3 、 CH_2O 组分的含量，单位 $\mu\text{mol}/\text{mol}$ ；

A_i —— NH_3 、 CH_2O 组分的的色谱峰面积，单位 $\text{pA}\cdot\text{s}$ ；

$F_{s(i)}$ —— NH_3 、 CH_2O 组分的响应因子；

9.2 结果

NH_3 、 CH_2O 组分含量的结果表示有效位数保留与标准样品中的有效位数一致。

10 报告

报告应显示如下内容信息。

- 1)样品信息的全部资料，例如名称、批号、采样地点、采样量、采样压力等；
- 2)分析测定中观察到的任何异常现象及其说明；
- 3)分析测定结果；

本标准中未列出的任何操作细节。