



H/T1141-1992

# 中华人民共和国石油化工行业标准

## 工业用裂解碳四的组成测定 气相色谱法

SH/T 1141-92

Cracking C<sub>4</sub> fraction for industrial use  
—Determination of hydrocarbon components  
—Gas chromatographic method

2000年确认

20002084

### 1 适用范围

本标准适用于工业用裂解碳四馏分中碳四烯烃异构体和浓度在0.1%以上的烃类杂质的测定。本标准还适用于其他来源碳四烃的定量分析。

### 2 方法原理

试样通过进样装置注入,并被载气带入色谱柱,在色谱柱内被分离成相应的组分,用热导池检测器检测并记录其色谱图,按归一化法计算各组分的含量。

### 3 主要材料及试剂

#### 3.1 载气

氢气,纯度大于98%。

#### 3.2 载体

铬姆沙伯(Chromosorb)P-NAW,60~80目;或C<sub>22</sub>硅砖,60~80目;或6201色谱载体,60~80目。  
载体在涂渍固定液前需先过筛,保留所需筛目,并于100℃以上烘2h,随后置于干燥器内冷却备用。

#### 3.3 固定液

3.3.1 癸二腈,色谱固定液。

3.3.2 苯乙腈,色谱固定液。

3.3.3 二缩三乙二醇,化学纯。

3.3.4 硝酸银(GB 670-77),分析纯。

3.3.5 碳酸丙烯酯,色谱固定液。

3.3.6 硅酮DC-200,色谱固定液。

#### 3.4 标准样品。

### 4 仪器

备有热导池检测器的气相色谱仪,对0.1%含量的烃类组分所产生的峰高应大于噪声的二倍。

#### 4.1 进样装置

4.1.1 气体进样阀,定量管容积0.5~2 ml。

4.1.2 耐压注射器, 0~15 $\mu$ l。

4.1.3 液体进样阀, 耐压 3.5MPa, 定量管容积 0.5~5.0 $\mu$ l。

4.2 恒温箱

能保持色谱柱所需工作温度并恒定在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内。

4.3 色谱柱

4.3.1 色谱柱及使用条件见表 1。

表 1 色谱柱及使用条件

色谱柱	癸二腈柱	PC/DC-200 混合液相柱	AgNO <sub>3</sub> /TEG-AgNO <sub>3</sub> /BC 串联柱	
固定液	癸二腈	82.5%PC及17.5% DC-200	61.5%AgNO <sub>3</sub> 38.5%TEG	33%AgNO <sub>3</sub> 67%BC
最高使用温度, $^{\circ}\text{C}$	100	50	65	65
溶剂	乙醚	乙醚		
载体	Chromosorb P-NAW	Chromosorb P-NAW	6201型	6201型
载体粒度, 目	60~80	60~80	60~80	60~80
固定液/载体涂渍比	30:100	25:100	AgNO <sub>3</sub> :TEG:6201 =2.4:1.5:30	AgNO <sub>3</sub> :BC:6201 =15:30:100
柱长, m	10	14	1	6
柱内径, mm	3	3	3	3
柱管材质	不锈钢或其他适宜的材质			
载气	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
流速, ml/min	21.4	20	22	22
柱入口压力, kgf/cm <sup>2</sup>	2.0	2.4	1.8	1.8
柱温, $^{\circ}\text{C}$	0~40	0~35	0~35	0~35

注: ① AgNO<sub>3</sub>/TEG 柱的制备: 称取 2.4g 研碎的硝酸银粉末, 滴加无氯离子蒸馏水, 直至硝酸银恰好全部溶解 (即硝酸银饱和水溶液), 再加 1.5g 二缩三乙二醇, 混和均匀, 倒入 60~80 目 6201 载体, 充分振摇以使混合均匀, 然后装柱备用。

② PC (propylene carbonate) —— 碳酸丙烯酯; DC-200 (silicone DC-200 fluid) —— 硅酮 DC-200; TEG (triethylene glycol) —— 二缩三乙二醇; BC (benzyl cyanide) —— 苯乙腈。

4.3.2 色谱柱的填充: 将内部洗净并经干燥的柱管一端填塞少许玻璃棉, 并接至真空泵抽吸, 从另一端加入固定相并不断轻轻敲击柱管, 直至柱管填充均匀紧密。柱间连接用金属毛细管或填充了相同固定相的金属短管。

4.3.3 色谱柱的老化:色谱柱使用前应在稍高于操作温度(低于固定液最高使用温度)的条件下通载气老化 12h,所用载气及流速与试样分析时相同。

#### 4.4 检测器

热导池检测器。

#### 4.5 记录装置

0~1 或 0~5mV 单笔式记录仪,满标时间小于 2s。

#### 4.6 积分仪及数据处理机。

### 5 取样方法

取样方法按 GB 6601—86《工业用裂解碳四 液态采样法》的规定执行。

#### 5.1 进样

裂解碳四试样可用耐压注射器(4.1.2)或液体进样阀(4.1.3)直接注入液态试样,或按 5.2 所述方法先将液态试样充分汽化后再用气体进样阀(4.1.1)注入气态试样。

进样量为 1 $\mu$ l 液态试样或 0.5ml 气态试样,或由操作者选择的能使各组分得到合适分离并能保证最低检出浓度的进样量。

#### 5.2 液态试样的汽化方法

汽化装置见图 1。将长 2~4m,内径 0.2mm 的不锈钢毛细管置于 50~70 $^{\circ}$ C 的恒温水浴内。毛细管一端与取样钢瓶的出口相连,另一端直接与进样装置或试样容器连接,当打开阀门时形成的压力降使毛细管内的试样汽化。

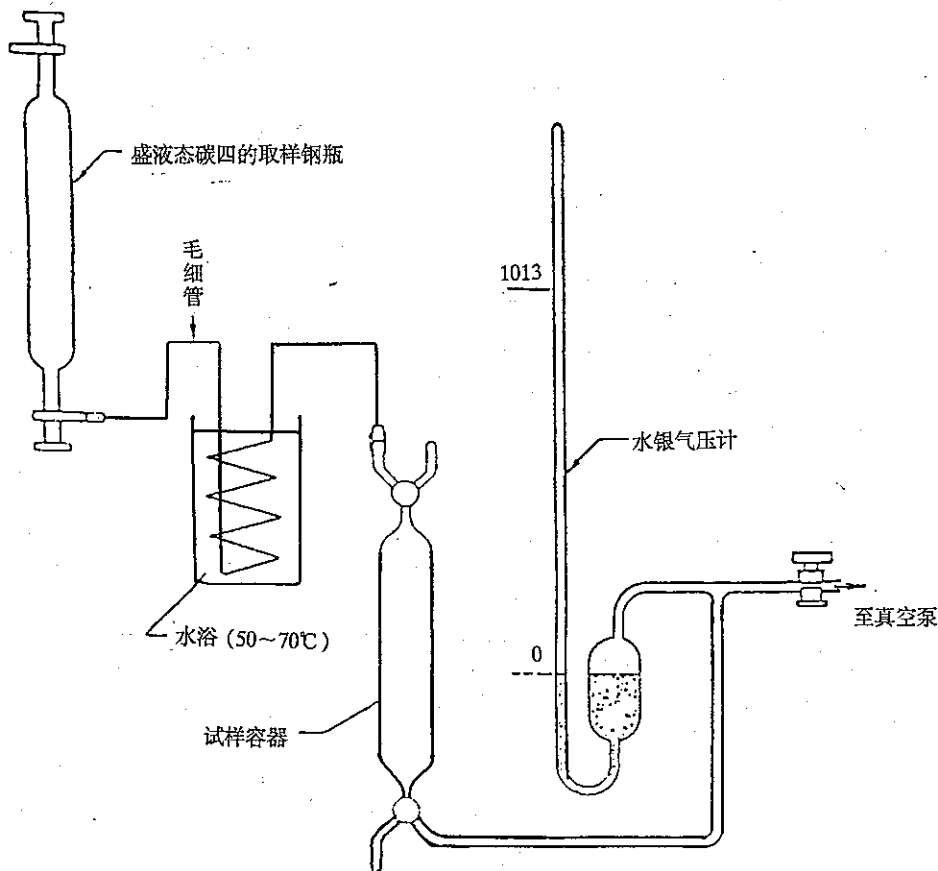


图 1 液态样品汽化装置