



中华人民共和国石油化工有限公司标准

SH/T 1486.2—2008

石油对二甲苯纯度及烃类杂质的测定 气相色谱法(外标法)

Petroleum *p*-xylene
—Determination of purity and hydrocarbon impurities
—Gas chromatography and external calibration

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

SH/T 1486 分为如下几部分：

——第 1 部分：石油对二甲苯；

——第 2 部分：石油对二甲苯纯度及烃类杂质的测定气相色谱法(外标法)。

本部分为 SH/T 1486 的第 2 部分。

本标准修改采用 ASTM D5917—2002《气相色谱法测定单环芳烃中微量杂质的标准试验方法 - (外标法)》(英文版)。

本标准与 ASTM D5917 的主要差异为：

1. 载气增加了氮气。
2. 增加了柱 B 及相应操作条件。
3. 进样量由 1.0 μ L 改为 0.6 μ L ~ 1.0 μ L。
4. 采用了自行测定的重复性限。

本标准的附录 A 为资料性目录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分会(SAC/TC63/SC4)归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本标准主要起草人：张育红、李薇。

本标准 2008 年首次发布。

石油对二甲苯纯度及烃类杂质的测定

气相色谱法(外标法)

1 范围

- 1.1 本标准规定了用气相色谱法(外标法)测定石油对二甲苯的纯度及烃类杂质含量。
- 1.2 本标准适用于测定纯度不低于99%(质量分数)的对二甲苯,以及浓度范围为0.001%~1.000%(质量分数)的C₁~C₁₀非芳烃、苯、甲苯、乙苯、二甲苯、C₉~C₁₀芳烃等烃类杂质。
- 1.3 本标准并不是旨在说明与其使用有关的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

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构成本标准的条款。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, ISO 3165:1976, idt)
 GB/T 6680 液体化工产品采样通则
 GB/T 8170 数据修约规则

3 方法提要

在本标准规定的条件下,将适量试样注入配置氢火焰离子化检测器(FID)的色谱仪。对二甲苯与各杂质组分在色谱柱上被有效分离,测量除对二甲苯外所有峰的面积,以外标法计算各杂质的含量。用100.00减去杂质的总量,以计算对二甲苯的纯度。

4 试剂与材料

- 4.1 载气:氦气、氢气或氮气,纯度≥99.99%(体积分数)。
- 4.2 燃烧气:氢气,纯度≥99.99%(体积分数)。
- 4.3 助燃气:空气,无油。
- 4.4 高纯度对二甲苯:纯度不低于99.999%。

一般得到的对二甲苯纯度低于99.9%,可通过重结晶方法进行提纯:将一定量的对二甲苯置于(-10±5)℃防爆冰箱中,当约有1/2~3/4对二甲苯结晶时(此过程大约为5h),将样品取出,倾出液体部分,余下的晶体部分为纯化的对二甲苯。待对二甲苯晶体融化后,重复此重结晶操作,直到用气相色谱检查无杂质峰出现。

4.5 标准试剂

标准试剂供配制校准混合物用,包括:正壬烷、苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯和异丙苯。如有必要,也可将对二甲苯配入校准混合物。试剂纯度应不低于99%(质量分数)。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:配置氢火焰离子化检测器并能按照表1推荐的色谱条件进行操作的任何色谱仪,该色谱仪对试样中0.001%(质量分数)的杂质所产生的峰高应至少大于噪声的两倍。
- 5.2 色谱柱:本标准推荐的色谱柱及典型操作条件见表1,典型色谱图见图1。其他能达到同等分