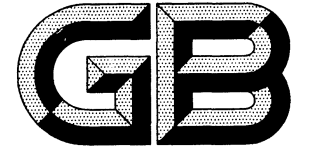


ICS 71.080.15
G 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 12688.1—1998

GB/T 12688.1—1998

工业用苯乙烯纯度的测定 毛细管气相色谱法

Styrene for industrial use—
Determination of purity—
Capillary gas chromatography

中华人民共和国
国家标准
工业用苯乙烯纯度的测定
毛细管气相色谱法
GB/T 12688.1—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 10 千字
1999年2月第一版 1999年2月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-15463 定价10.00元

*

标目 362—42



GB/T 12688.1—1998

1998-07-13 发布

1999-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用 ASTM D5135—95《毛细管气相色谱法分析苯乙烯的标准试验方法》，对 GB/T 12688.1—90《工业用苯乙烯纯度的测定 气相色谱法》进行修订。

本标准与 ASTM D5135 的主要差异在于增加了 FFAP 弹性石英毛细管柱。

本标准与 GB/T 12688.1—90 相比，取消了填充色谱柱。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 12688.1—90。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会归口。

本标准由上海高桥石化公司高桥化工厂负责起草。

本标准主要起草人：王均甫、陈建华、蔡春晖、董建芳、陈海东、宋兰英。

本标准于 1990 年 12 月 30 日首次发布；于 1998 年 7 月 13 日第一次修订。

7.1.4 用式(1)计算各杂质相对于内标物的质量校正因子:

$$f'_i = \frac{m_i}{m_s \left(\frac{A_i}{A_s} - \frac{A_{ib}}{A_{sb}} \right)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: f'_i —— i 杂质组分相对于内标物的质量校正因子;

A_s ——在校准混合物中内标物的峰面积;

A_i ——在校准混合物中 i 杂质的峰面积;

A_{ib} ——只配有内标物的苯乙烯混合物中的 i 杂质的峰面积;

A_{sb} ——只配有内标物的苯乙烯混合物中的内标物的峰面积;

m_s ——校准混合物中内标物的质量百分含量;

m_i ——校准混合物中 i 杂质组分的质量百分含量。

7.2 试样测定

7.2.1 利用经校准的微量注射器,将 50.0 μ L(或适量)内标物加至 100 mL 容量瓶中,该容量瓶中事先装有约 75 mL 的苯乙烯试样,再用试样稀释至刻度,混匀。

7.2.2 按 7.1.3 的同样条件和步骤进行试样的测定。

8 分析结果的表述

8.1 计算

苯乙烯试样中各杂质的质量百分含量 x_i 按式(2)计算:

$$x_i = \frac{A'_i \cdot f'_i \cdot m'_s}{A'_s} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A'_i ——试样中 i 杂质组分的峰面积;

A'_s ——试样中内标物的峰面积;

m'_s ——试样中内标物的质量百分含量;

f'_i —— i 杂质组分相对于内标物的质量校正因子。

对少数未能得到杂质标准品的组分,在计算时可把校正因子(f'_i)选为 1.0。

按式(3)将 100.00 减去所有杂质的计算值总量,得到苯乙烯的质量百分含量 x :

$$x = 100.00 - \sum x_i \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: $\sum x_i$ ——试样中所有杂质的总量。

8.2 结果的表述

以质量百分数报告苯乙烯的含量,按 GB/T 8170 的规定进行修约,各杂质含量精确至 0.001%,苯乙烯含量精确至 0.01%。

9 精密度

9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作员,采用同一仪器和设备,对同一试样相继做两次重复试验,所得测定结果的差值应不大于表 2 和表 2A 所示的值。

9.2 再现性

在任意两个不同实验室,由不同操作员,用不同仪器和设备,在不同或相同时间内,对同一样品所测得的两个单次测定结果的差值应不大于表 2 和表 2A 所示的值。

中华人民共和国国家标准

工业用苯乙烯纯度的测定

毛细管气相色谱法

GB/T 12688.1—1998

Styrene for industrial use—

代替 GB/T 12688.1—90

Determination of purity—

Capillary gas chromatography

1 范围

本标准规定了用毛细管气相色谱法测定工业用苯乙烯的纯度和杂质。

本标准适用于苯乙烯纯度为 99%~100% 范围试样的测定。也可应用于苯乙烯中正常存在杂质的测定。虽然本方法也可应用于更低纯度的苯乙烯试样,但对全部杂质的定性和选定合适的内标物可能较为困难。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 3915—1998 工业用苯乙烯

GB/T 8170—87 数值修约规则

GB/T 9722—88 化学试剂 气相色谱法通则

3 方法提要

采用毛细管气相色谱法,以内标法测定苯乙烯中正常存在的杂质含量。然后由 100 减去所有杂质的总含量,便可得到苯乙烯的纯度,以质量百分数表示。

4 试剂和材料

4.1 内标物:正庚烷,或其他合适的化合物,纯度应大于 99%。

4.2 杂质标准品:纯度大于 99%。

4.3 苯乙烯标准品:纯度应尽可能高,以结晶点法测得纯度应至少大于 99.6%。

4.4 氮气:纯度大于 99.95%(V/V)。

4.5 氢气:纯度大于 99.95%(V/V)。

4.6 空气:经硅胶、分子筛充分干燥和净化。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱仪:应配置氢火焰离子化检测器及进样分流装置。在进样量不超过色谱柱允许负荷量的条件下,对最后流出的含量为 10 mg/kg 的被测杂质,其峰高至少应大于仪器噪声的 4 倍。

国家质量技术监督局 1998-07-13 批准

1999-02-01 实施