

ICS 71.080.10
G 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 6020—2008
代替 GB/T 6020—1999, GB/T 12702—1999

GB/T 6020—2008

工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚 (TBC)的测定

Butadiene for industrial use—Determination of tert-butyl-catechol (TBC)

中华人民共和国
国家标准
工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚
(TBC)的测定
GB/T 6020—2008

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

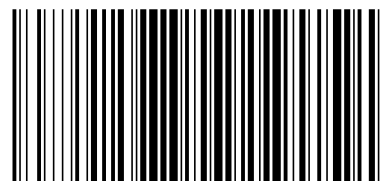
*

书号:155066·1-33263 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 6020-2008

2008-06-19 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 5 液相色谱法的重复性

TBC 含量范围/(mg/kg)	重复性限 r
≤ 250	为其平均值的 3.8%

5 报告

报告应包括下列内容：

- 有关样品的全部资料,例如样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等。
- 本标准编号。
- 分析结果。
- 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明。
- 分析人员的姓名及分析日期等。

前 言

本标准修改采用 ASTM D1157:1991(2004)《分光光度法测定轻烃中特丁基邻苯二酚(TBC)的标准试验方法》(英文版),本标准与 ASTM D1157 的结构性差异参见附录 A。

本标准与 ASTM D1157:1991(2004) 的主要差异为：

- 增加了液相色谱法；
- 测定范围由 ASTM D1157 规定的 50 mg/kg~500 mg/kg 改为 1 mg/kg~300 mg/kg；
- 校准曲线直接采用以 TBC 质量为横坐标；
- 在结果计算中引入密度。

本标准代替 GB/T 6020—1999《工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚(TBC)的测定 分光光度法》和 GB/T 12702—1999《工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚(TBC)的测定 高效液相色谱法》。

本标准分光光度法与 GB/T 6020—1999 的主要差异为：

- 名称修改为《工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚(TBC)的测定》；
- 把测量过程中的参比液统一为蒸馏水。

本标准高效液相色谱法与 GB/T 12702—1999 的主要差异为：

- 名称修改为《工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚(TBC)的测定》；
- 对原来色谱条件中的色谱柱规格及填料粒径作了修改。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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/TC 63/SC 4)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:庄海青。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6020—1985 ,GB/T 6020—1999；
- GB/T 12702—1990,GB/T 12702—1999。

4.2.4 间硝基酚,25 mg/L 水溶液。

4.2.5 乙酸。

4.3 仪器

4.3.1 微量注射器:容积为 10 μ L,25 μ L,50 μ L 和 100 μ L。

4.3.2 高效液相色谱仪:所用的高效液相色谱仪应符合下列要求,且在检测波长处对浓度为 10 mg/L TBC 所产生的峰高应至少为噪声水平的两倍。

4.3.2.1 输液泵:高压平流泵,其流量范围一般为 0.1 mL/min ~9.9 mL/min,工作压力一般为 0 MPa ~40 MPa,压力脉动应小于 $\pm 1\%$ 。

4.3.2.2 进样装置:配有 20 μ L 定量管的高效液相色谱手动进样阀或自动进样装置。

4.3.2.3 检测器:紫外(UV)检测器,检测波长为 280 nm

4.3.3 色谱柱:不锈钢材质,长 150 mm,内径 4.6 mm。固定相为十八烷基化学键合相型硅胶,粒度为 5 μ m。或者能满足分离和定量的其他规格色谱柱。

4.3.4 流动相: $V(\text{甲醇}):V(\text{水}):V(\text{乙酸})=67:32:1$ (体积比),流量为 1.0 mL/min ~1.5 mL/min。

4.3.5 一般实验室仪器和设备。

4.4 分析步骤

4.4.1 校准曲线的绘制

4.4.1.1 配制标准溶液

在 6 个 50 mL 具塞锥形烧瓶中分别加入 25.0 mL 间硝基酚溶液(4.2.4),然后用注射器按表 4 所示体积逐个加入相应量的 TBC 标准溶液(4.2.3),摇匀。

表 4 TBC 标准溶液体积与浓度对应表

TBC 标准溶液(4.2.4)体积/ μ L	标准溶液中 TBC 浓度/(mg/L)
0	0
10	10
25	25
50	50
100	100
150	150

4.4.1.2 校准

用注射器将上述配制的标准溶液逐一充满进样阀的样品定量管,并注入色谱仪,记录所得到的 TBC 和间硝基酚的色谱峰面积(或峰高)。

4.4.1.3 绘制校准曲线

以 TBC 浓度(mg/L)为横坐标,以 TBC-间硝基酚的峰面积(或峰高)比值为纵坐标,绘制校准曲线。

4.4.2 试验溶液的准备

将长 1 m,内径 3 mm 的不锈钢盘管和容量为 25 mL 的玻璃量筒冷却至 -20°C 左右。将盘管与试样钢瓶相连,通过盘管使液态丁二烯流入量筒约 25 mL 左右,准确读取试样体积。测量试样温度,精确至 1°C 。然后将此试样倒入已盛有 25 mL 间硝基酚的 50 mL 具塞锥形瓶中,室温下使丁二烯自然挥发。塞上瓶塞,摇匀 1 min。

上述操作应在通风橱中进行,应远离明火,并将钢瓶接地,以防止因静电可能产生的爆炸危险。

4.4.3 测定

用注射器将试验溶液(4.4.2)充满进样阀的样品定量管,并注入色谱仪。记录所得到的 TBC 和间

工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚 (TBC)的测定

1 范围

1.1 本标准规定了工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚[即 4-(1,1 二甲基乙基)-1,2-苯二酚]测定的分光光度法和高效液相色谱法。本标准分光光度法适用的测定范围为 1 mg/kg~300 mg/kg,高效液相色谱法适用的测定范围为 1 mg/kg~250 mg/kg。

1.2 本标准并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。因此,使用者有责任采取适当的安全与防护措施,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成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3639:1987,MOD)

GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯液体采样法

3 分光光度法

3.1 方法提要

丁二烯经蒸发后,将剩余残渣用水溶解,并加入过量的三氯化铁。在 425 nm 波长处,用分光光度计测定黄色络合物的吸光度,并以校准曲线法测定 TBC 的含量。

3.2 试剂与材料

本方法所用试剂均为分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

3.2.1 乙醇:95%(体积分数)。

3.2.2 盐酸(密度 1.19 g/mL)。

3.2.3 三氯化铁溶液:称取 20.0 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),用 95%乙醇(3.2.1)溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 9.2 mL 盐酸(3.2.2),用 95%乙醇稀释至刻度。

3.2.4 特丁基邻苯二酚(TBC)标准溶液:

3.2.4.1 6.7 mg/mL 的 TBC 标准溶液:称取 0.67 g TBC(精确至 0.000 1 g),溶于 10 mL 95%乙醇中,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释到刻度。此溶液不稳定,须临用前配制。

3.2.4.2 0.67 mg/mL 的 TBC 标准溶液:将 6.7 mg/mL 的 TBC 标准溶液以水稀释 10 倍,混匀。此溶液不稳定,须临用前配制。

注意:TBC 具有潜在危害,可引起皮肤不适或灼伤,可通过皮肤吸收,可能对呼吸系统产生危害,吞咽后可能造成致命危害。应避免碰到眼睛,否则将灼伤眼组织、损伤视力。使用时应注意通风,应贮存于易燃液体存放的区域。

3.3 仪器

3.3.1 分光光度计:备有 1 cm 吸收池。