

中华人民共和国国家标准

UDC 668.735.2
: 543.275

焦化甲苯中烃类杂质的 气相色谱测定方法

GB 8038—87

Toluene of coal carbonization—Determination of
hydrocarbon impurities gas chromatographic method

本标准适用于测定焦化甲苯中烃类杂质,其中包括苯、C₃芳烃直至正壬烷的非芳烃,对每组杂质的测量范围是0.01~3.00%(m/m)。

本标准参照采用 ISO 5279—80《甲苯中烃类杂质的气相色谱测定法》。

1 试验原理

将已知量的内标物加入试样中,用注射器取一定量的该混合物注入色谱仪汽化室,气化的混合物被载气携带进入色谱柱层析,由氢火焰离子化检测器检测每个组分,并在记录器上记录色谱图。

用杂质的相对保留时间定性,用杂质相对于内标物的色谱峰面积定量。

计算时要考虑检测器相对校正因子对各组分的影响。

2 试样的采取和制备

按 GB 1999—80《焦化产品轻油类取样方法》规定,从大量物料中取出不少于1 000 mL 的代表性试样。

3 仪器和材料

3.1 仪器

3.1.1 色谱仪:氢火焰离子化检测器及能满足实验条件要求的任何型号色谱仪。仪器应有足够的灵敏度,使含有0.005%(m/m)乙基苯的甲苯混合物,在规定的试验条件下,得到的峰高至少为噪音的两倍。

3.1.2 分析天平:感量0.000 1 g。

3.1.3 注射器:1 μL、10 μL、50 μL 和10 mL。

3.1.4 色谱柱:不锈钢管、铜管、铝管或玻璃管制成,长4 m,内径2 mm。

3.1.5 容量瓶:容积10 mL、25 mL 和50 mL。

3.2 材料

3.2.1 氢气:氧含量不大于0.000 5%(V/V)。

3.2.2 空气:净化后的压缩空气。

3.2.3 标准筛:60、80目。

4 试剂

4.1 正己烷:色谱纯(不含苯、正癸烷、乙基苯)。

4.2 内标物:正癸烷、纯度不小于99%(m/m)。

中华人民共和国冶金工业部 1987-06-30 批准

1988-01-01 实施

4.3 标准物:纯度不小于99%(*m/m*)。

4.3.1 苯:分析纯。

4.3.2 甲苯:分析纯。

4.3.3 乙基苯:分析纯。

4.4 固定相

4.4.1 聚乙二醇1 540或1 500。

4.4.2 经酸洗后的6 201载体(60~80目)。

5 准备工作

5.1 固定相的配制:称取12.5 g 聚乙二醇1 540或 1500溶于50 mL 适当的溶剂中(如甲醇),将溶液倒入37.5 g 6 201载体中,轻轻搅拌,并用红外线灯缓缓烘烤,蒸发溶剂至干。涂好的固定相如有粉末,可再次过筛以提高柱效。

5.2 色谱柱的填充及老化:将色谱柱一端用多孔金属网或玻璃毛塞住,接在真空泵上,另一端接一个漏斗,把制备好的固定相通过漏斗装入色谱柱。连续不断地抽气和振动柱子,以保证填充均匀。当柱子充满后,拔下色谱柱,停泵。倒出少量的固定相,然后用多孔金属网或玻璃毛把这端堵住。

将色谱柱安装在色谱仪上,经试漏检查后,在高于使用温度20~50℃的条件下,通载气老化,直至基线稳定。

5.3 色谱柱性能的检查

5.3.1 在规定的试验条件下,色谱柱应能将内标物和其他组分完全分离开。

5.3.2 配制含有0.25%(*V/V*)乙基苯的甲苯混合物,取该混合物1 μL,注入色谱仪,记录色谱图并测量甲苯、乙基苯两峰谷到基线的高。在使用积分仪时,两峰谷到基线的高不应超过乙基苯峰高的2%;如手工测量时,两峰谷到基线的高不应超过乙基苯峰高的10%。

5.4 校正因子的测定

5.4.1 用注射器取10 mL 正己烷注入清洁、干燥的25 mL 容量瓶内,用50 μL 注射器分别将正癸烷、苯、甲苯和乙基苯各50 μL 依次注入到容量瓶内,用增量法分别称出各组分的质量,称准至0.1 mg 然后再加入正己烷至容量瓶的刻度,混合均匀,此液即为测定校正因子的标准样。

5.4.2 在表3规定的条件下,往色谱仪注入上述标准样,并记录色谱图。

5.4.3 按(1)式计算各组分的相对校正因子:

$$F_i = \frac{A_i}{A_0} \times \frac{0.730}{\rho_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中: F_i —— i 组分相对校正因子;

A_i —— i 组分的峰面积, mm^2 ;

A_0 —— 正癸烷的峰面积, mm^2 ;

ρ_i —— i 组分的密度, g/cm^3 ;

0.730 —— 正癸烷的密度, g/cm^3 。

($\rho_{\text{苯}} = 0.879 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、 $\rho_{\text{乙基苯}} = 0.867 \text{ g}/\text{cm}^3$)

5.4.4 如果通过上述步骤得到的相对校正因子与表1给出的典型校正因子之差超过给定值的10%,则需重新用第二个标准样检查,直至两数之差小于10%,测定值才可使用。