



中华人民共和国国家标准

GB/T 12688.1—2011
代替 GB/T 12688.1—1998

GB/T 12688.1—2011

工业用苯乙烯试验方法 第1部分：纯度和烃类杂质的测定 气相色谱法

Test method of styrene for industrial use—
Part 1: Determination of purity and hydrocarbon impurities—
Gas chromatography

中华人民共和国
国家标准
工业用苯乙烯试验方法
第1部分：纯度和烃类杂质的测定
气相色谱法

GB/T 12688.1—2011

*

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

2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号：155066·1-43188 定价 16.00 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 12688.1—2011

2011-05-12 发布

2011-11-01 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

$$f = \frac{Am_i}{(A_{i2} - A_{ib})m} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

f ——苯乙烯或烃类杂质的相对质量校正因子(苯乙烯的相对质量校正因子为 1.00);

m_i ——校准混合物溶液 A 中烃类杂质 i 的质量,单位为克(g);

m ——校准混合物溶液 A 中苯乙烯的质量,单位为克(g);

A ——校准混合物溶液 A 中苯乙烯的峰面积。

各组分 3 次相对质量校正因子(f)测定结果的相对偏差应不大于 5%,取其平均值作为该组分的 \bar{f} ,应保留 3 位有效数字。

9.1.2 试样测定

在与质量校正因子测定相同色谱条件下,将适量苯乙烯试样注入色谱仪,测量所有烃类杂质和苯乙烯的色谱峰面积。

9.2 结果计算

按式(7)计算苯乙烯试样的纯度或烃类杂质的含量。

$$w_i' = \frac{A_i \bar{f}}{\sum A_i \bar{f}} \times 100.00 \dots\dots\dots(7)$$

式中:

w_i' ——苯乙烯试样的纯度或烃类杂质的含量(质量分数),%;

A_i ——试样中组分 i 的峰面积。

对少数不能获得相对质量校正因子的烃类杂质组分,可将其校正因子 \bar{f} 设为 1.00。

10 分析结果的表述

以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果,按 GB/T 8170 的规定进行修约,苯乙烯纯度精确至 0.01%(质量分数),各烃类杂质含量精确至 0.001%(质量分数)。

11 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)如表 2 所列。

表 2 重复性限(r)

项 目		重复性限(r)		
		内标法	归一化法	外标法
烃类杂质含量 (质量分数)/%	$0.001 \leq w_i \leq 0.010$	两次测定结果平均值的 15%		两次测定结果平均值的 20%
	$w_i > 0.010$	两次测定结果平均值的 10%		两次测定结果平均值的 15%
苯乙烯纯度(质量分数)/%		0.04		0.05

12 报告

报告应包括下列内容:

- 有关样品的全部资料,例如样品的名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等;
- 本部分的编号;
- 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

GB/T 12688《工业用苯乙烯试验方法》分为以下部分:

- 第 1 部分:纯度和烃类杂质的测定 气相色谱法;
- 第 3 部分:聚合物含量的测定;
- 第 4 部分:过氧化物含量的测定 滴定法;
- 第 5 部分:总醛含量的测定 滴定法;
- 第 6 部分:工业用苯乙烯中微量硫的测定 氧化微库仑法;
- 第 8 部分:阻聚剂(对-叔丁基邻苯二酚)含量的测定 分光光度法;
- 第 9 部分:微量苯的测定 气相色谱法。

本部分为 GB/T 12688 的第 1 部分。

本部分修改采用 ASTM D5135-07《毛细管气相色谱法测定苯乙烯纯度及杂质的标准试验方法》(英文版)。本部分与 ASTM D5135-07 的结构性差异见附录 A。

本部分与 ASTM D5135-07 相比主要技术内容变化如下:

- 规范性引用文件中引用我国标准;
- 增加 FFAP 柱及其典型色谱条件;
- 增加了外标法和归一化法的定量方法;
- 采用氮气为载气;
- 重复性限采用我国的规定。

本部分代替 GB/T 12688.1—1998《工业用苯乙烯纯度的测定 毛细管气相色谱法》。

本部分与 GB/T 12688.1—1998 相比主要差异为:

- 修改了标准名称;
- 增加了外标法和归一化法的定量方法;
- 范围中增加了杂质种类及测定范围。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

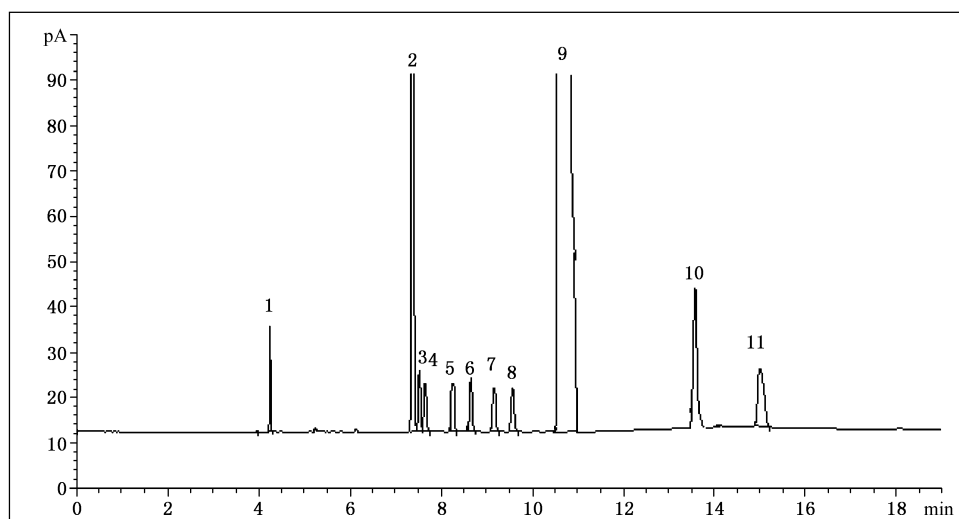
本部分由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本部分起草单位:中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司。

本部分主要起草人:杨伟、陆慧丽、姜连成、田江南、车金凤、胡秀卓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 12688.1—1990、GB/T 12688.1—1998。



各色谱峰号所对应的物质名称同图 1

图 2 苯乙烯校准混合物溶液在键合 FFAP 毛细管柱(B)上的典型色谱图

7.1.1.6 按式(1)计算各烃类杂质的质量校正因子:

$$f_i' = \frac{w_{i1}}{w_s \left(\frac{A_{i1}}{A_s} - \frac{A_{ib}}{A_{sb}} \right)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- f_i' ——烃类杂质 i 相对于内标物的质量校正因子;
- A_{i1} ——在校准混合物溶液 B 中烃类杂质 i 的峰面积;
- A_s ——在校准混合物溶液 B 中内标物的峰面积;
- A_{ib} ——配有内标物的苯乙烯基液中的烃类杂质 i 的峰面积;
- A_{sb} ——配有内标物的苯乙烯基液中的内标物的峰面积;
- w_{i1} ——校准混合物溶液 B 中烃类杂质 i 的含量(质量分数), %;
- w_s ——校准混合物溶液 B 中内标物的含量(质量分数), %。

各组分 3 次相对质量校正因子(f_i')测定结果的相对偏差应不大于 5%, 取其平均值作为该组分的质量校正因子 $\overline{f_i'}$, 应保留 3 位有效数字。

7.1.2 试样测定

7.1.2.1 按 7.1.1.3 的方法将内标物加入到苯乙烯试样中, 计算内标物的含量(质量分数), 精确至 0.000 1%。

7.1.2.2 在与质量校正因子测定相同色谱条件下, 将苯乙烯试样(7.1.2.1)注入色谱仪, 测量除苯乙烯外所有的杂质峰面积。

7.2 结果计算

7.2.1 苯乙烯试样中各烃类杂质的含量按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i' \cdot \overline{f_i'} \cdot w_s'}{A_s'} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_i ——试样中烃类杂质 i 的含量(质量分数), %;
- A_i' ——试样中烃类杂质 i 的峰面积;
- A_s' ——试样中内标物的峰面积;
- w_s' ——试样中内标物的含量(质量分数), %。

工业用苯乙烯试验方法 第 1 部分: 纯度和烃类杂质的测定 气相色谱法

1 范围

本部分规定了用气相色谱法测定工业用苯乙烯的纯度和烃类杂质。

本部分适用于纯度(质量分数)不低于 99%、烃类杂质浓度(质量分数)范围为(0.001~1.000)% 的苯乙烯的测定。典型的烃类杂质包括: 乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、正丙苯、间甲乙苯、对甲乙苯、 α -甲基苯乙烯、苯乙炔、间甲基苯乙烯、对甲基苯乙烯。

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合适内标物的选定可能较为困难。

本部分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。

注意: 苯乙烯为易燃物。在与过氧化物、无机酸和三氯化铝等接触时会发生放热聚合反应。高浓度的液态苯乙烯及其蒸气对眼睛和呼吸系统都有刺激性。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12688 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分, 然而, 鼓励根据本部分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部分。

- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, ISO 3165:1976, idt)
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法原理

在本部分规定的条件下, 将适量试样注入配置氢火焰离子化检测器(FID)的色谱仪。苯乙烯与烃类杂质组分在色谱柱上被有效分离, 测量所有峰的峰面积, 可采用内标法或外标法计算各烃类杂质的含量。用 100.00 减去烃类杂质的总量, 以计算苯乙烯的纯度。也可采用归一化法直接得到苯乙烯纯度及烃类杂质含量。

注: 如果有气相色谱法不能测得的其他杂质, 该方法测得的不是绝对纯度。

4 试剂和材料

- 4.1 内标物: 正庚烷, 甲苯或其他合适的化合物, 纯度(质量分数)应大于 99%。
- 4.2 标准试剂: 乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、正丙苯、间甲乙苯、对甲乙苯、 α -甲基苯乙烯、苯乙炔、间甲基苯乙烯、对甲基苯乙烯, 各标准试剂纯度(质量分数)不低于 99%。
- 4.3 苯乙烯: 用作测定校正因子的基液, 纯度(质量分数)应不低于 99.8%。
- 4.4 氮气: 纯度(体积分数)大于 99.995%。
- 4.5 氢气: 纯度(体积分数)大于 99.995%。