

ICS 71.080.10
G 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 6022—2008
代替 GB/T 6022—1999

GB/T 6022—2008

工业用丁二烯液上气相中氧的测定

Butadiene for industrial use—Determination of oxygen in
gaseous phase above liquid butadiene

中华人民共和国
国家标准
工业用丁二烯液上气相中氧的测定
GB/T 6022—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 6 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

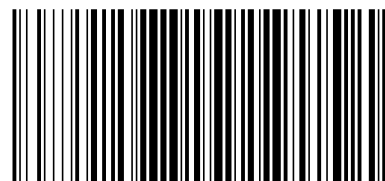
*

书号: 155066·1-33262 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 6022—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

前 言

本标准代替 GB/T 6022—1999《工业用液态丁二烯液上气相中氧的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 6022—1999 相比主要变化如下：

- 名称修改为《工业用丁二烯液上气相中氧的测定》；
- 增加了薄膜覆盖电池电化学法测定丁二烯液上气相中的氧含量；
- 增加了 3.5.2 气相色谱法测定流程图；
- 3.5.3 中柱温由原来的 15 °C~25 °C 改为了 25 °C~50 °C；
- 标准气中的底气由原来的氩气改为氮气或氩气；
- 丁二烯液上气相氧的采样方法修改为 GB/T 6681 中规定的方法。

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本标准主要起草单位：中国石化扬子石油化工有限公司。

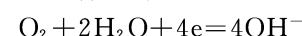
本标准主要起草人：史春保、陆海萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 6022—1999。

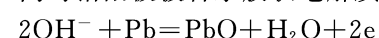
4 薄膜覆盖电池电化学法

4.1 方法概要

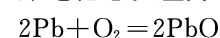
当气体以恒定速率流经装有原电池(燃料电池)的测量室时,气体中的氧分子扩散透过原电池表面覆盖的聚合物薄膜,在不活泼金属制成的阴极发生还原反应,氧分子从外电路得到电子:



同时铅阳极被含水胶状电解质中的 KOH 腐蚀发生氧化反应,向外电路输出电子:



原电池总反应为:



外电路电流的大小与气体中氧的分压成比例,即在总压恒定下,电流与气体中氧的浓度成比例。

4.2 试剂与材料

4.2.1 制备标准样品用气体

氮气或氩气:纯度不小于 99.999%(体积分数),氧含量不大于 2 mL/m³。

氧气:纯度不小于 99.99%(体积分数)。

4.2.2 系列氧标准气:氧含量为 50 mL/m³~5 000 mL/m³,底气为氮气或氩气。

4.2.3 压缩空气:无油、干燥。

4.3 仪器

4.3.1 测氧仪:用于测定气体样品,由检测电池和放大器组成。检测电池的外部无极性;放大器用于温度补偿和指示电池的电流变化。仪器的检测限小于 1 mL/m³。

4.3.2 原电池:阴极构造为银、金、铂等不活泼金属;阳极构造为铅或锌。保证电池中含有的胶状电解液处于湿润状态。

4.3.3 流量计:100 mL/min~1 L/min;

4.3.4 螺旋不锈钢管:内径 3 mm,长 5 m;

4.3.5 增湿器:容器中装有塑料筒,其上绕有长 1 m、内径 1 mm 的硅胶管;

4.4 采样

采样步骤同 3.4,薄膜覆盖电池电化学法可用于现场检测。

4.5 测定步骤

4.5.1 仪器组装

依次连接样品或标准气源、流量调节阀、测氧仪,连接管线均为不锈钢管,测氧仪出口接一根 50 cm 长、3 mm 内径不锈钢管,然后再以适当方式连接至流量计。

4.5.2 仪器流程图(见图 3)

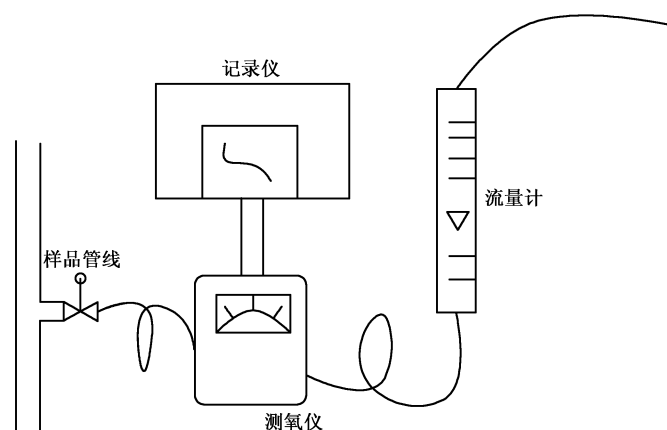


图 3 测氧仪仪器流程图

工业用丁二烯液上气相中氧的测定

1 范围

1.1 本标准规定了测定工业用丁二烯液上气相中氧含量的气相色谱法和薄膜覆盖电池电化学法,气相色谱法测定范围为 100 mL/m³~5 000 mL/m³,薄膜覆盖电池电化学法测定范围为 1 mL/m³~5 000 mL/m³。

1.2 本标准并没有说明与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健康措施,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 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则

3 气相色谱法

3.1 方法概要

气体试样通过进样装置注入色谱仪,并被载气带入预分离柱,烃类组分被预分离柱吸附后,反吹预分离柱,将烃类组分放空。其余组分进入分离柱分离,用热导检测器检测。由于在环境温度下氧与氩在分离柱上不被分离,因此采用氩气作载气,使样品中的氩在热导池上不产生响应。将得到的氧色谱峰面积与从标准样品得到的氧色谱峰面积相比较,从而测定试样中的氧含量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 载气

氩气:纯度不小于 99.99%(体积分数),氧含量不大于 0.002%(体积分数),不含有机杂质、水及二氧化碳。

3.2.2 制备标准样品用气体

氮气或氩气:纯度不小于 99.999%(体积分数),氧含量不大于 2 mL/m³。

氧气:纯度不小于 99.99%(体积分数)。

3.2.3 系列氧标准气:氧含量为 50 mL/m³~5 000 mL/m³,底气为氮气或氩气(3.2.2)。

3.2.4 色谱柱固定相

活性炭(色谱用):粒径 0.17 mm~0.25 mm(60 目~80 目);

5A 分子筛(色谱用):粒径 0.17 mm~0.25 mm(60 目~80 目)。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪:具有气体定量进样装置、反吹装置及热导检测器的气相色谱仪,该仪器在本标准给定的操作条件下产生的峰高,至少要大于仪器噪声的两倍。

3.3.2 定量管:1 mL 或 5 mL。

3.3.3 预分离柱

固定相:活性炭(3.2.4);