

# SH

## 中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1613.2—95

---

### 石油邻二甲苯纯度及烃类杂质含量 的测定 气相色谱法

1995-03-29 发布

1995-10-01 实施

中国石油化工总公司 发布

石油邻二甲苯纯度及烃类杂质含量  
的测定 气相色谱法

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定石油邻二甲苯纯度及其烃类杂质含量的气相色谱法。

本标准适用于石油邻二甲苯中的已知烃类杂质含量及邻二甲苯纯度的测定。杂质的最小测定浓度为 0.01%(*m/m*)，邻二甲苯纯度为 90% 以上，如果有未知杂质存在，则不能测定其绝对纯度。

### 2 引用标准

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6680—86 液体化工产品采样通则

### 3 方法提要

将试样注入色谱仪进样器，气化后由载气带入色谱柱进行分离，流出物以氢焰离子化检测器检测，并记录色谱图，用内标法定量计算各烃类杂质的含量，邻二甲苯纯度用减差法求得；或使用校正面积归一化法直接求出各组分的含量。

### 4 试剂与材料

#### 4.1 固定液

2-硝基对苯二甲酸封端的聚乙二醇 20 M(FFAP)；

聚乙二醇 20 M(PEG 20M)；

聚乙二醇 1 500(PEG 1 500)；

1,2,3-三(2-氰乙氧基)丙烷(TCEP)。

#### 4.2 载体

Chromosorb P, 粒径: 0.177~0.250 mm(60~80 目)或能满足分离要求的其他载体。

#### 4.3 载气和辅助气体

氮气, 纯度大于 99.9%；

氢气, 纯度大于 99.9%；

助燃气, 干燥压缩空气。

注: 用于 PEG 20M 毛细管柱的氮气纯度大于 99.99%。

#### 4.4 标准试剂

标准试剂供测定校正因子用, 其纯度应大于 99%。

它们应包括: 苯、甲苯、乙基苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、异丙苯、正丙苯、邻乙基甲苯、间乙基甲苯、对乙基甲苯、1,3,5-三甲苯、苯乙烯、正壬烷和正十一烷。

其中正壬烷是非芳烃的代表物, 正十一烷是内标物。

## 4.5 溶剂

三氯甲烷或其他适宜的溶剂。

## 5 仪器

## 5.1 色谱仪

可安装毛细管柱和填充柱,并带有氢焰离子化检测器的气相色谱仪。该色谱仪对试样中 0.01% ( $m/m$ )的杂质所产生的峰高应至少大于其噪声的两倍。

## 5.2 进样装置

容积为 1  $\mu$ L 的微量注射器或色谱自动进样装置。

## 5.3 记录装置

色谱积分仪或色谱数据处理机。

## 5.4 色谱柱

本标准推荐的色谱柱及其典型操作条件列于表 1,可按样品中杂质的存在情况选用。其他能达到同等分离程度的色谱柱也可使用。

## 5.4.1 色谱柱制备

毛细管柱可以购买石英或不锈钢商品柱,也可自制,但必须满足分离要求;填充柱制备简单,一般制法是:按固定液与载体的浓度比例及柱管容积称取一定量的固定液和载体,将固定液用适量的溶剂溶解后,倒入载体,使固定液均匀地涂于载体表面。自然干燥后,以泵抽法将其均匀而紧密地装入色谱柱。

## 5.4.2 色谱柱的老化

将色谱柱装入色谱柱箱,通入适量氮气,在高于使用温度 20~30 $^{\circ}$ C 下老化至基线平稳。

表 1 色谱柱及其典型操作条件

色谱柱材质	石英或不锈钢	石英或不锈钢	不锈钢	不锈钢
固定液	FFAP	PEG20M	PEG1500	TCEP
浓度, % ( $m/m$ )			13	20
载体			Chromosorb P	Chromosorb P
粒径, mm			0.177~0.250	0.177~0.250
柱长, m	50	30	6	6
内径, mm	0.25	0.25	3.2	3.2
检测器	FID	FID	FID	FID
空气, mL/min	400	400	400	400
氢气, mL/min	40	40	—	
辅助氮气, mL/min	50	60	40	35
载气, mL/min	N <sub>2</sub> , 1	N <sub>2</sub> , 1	H <sub>2</sub> , 40	H <sub>2</sub> , 35
柱温, $^{\circ}$ C	100	80	95	120
气化温度, $^{\circ}$ C	200	200	200	200
检测温度, $^{\circ}$ C	200	200	200	200