

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0614—95

工业丙烷、丁烷组分测定法 (气相色谱法)

1995-06-15 发布

1995-10-01 实施

中国石油化工总公司 发布

工业丙烷、丁烷组分测定法
(气相色谱法)

本标准等效采用国际标准 ISO 7941:1988《商品丙烷和丁烷的分析(气相色谱法)》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定工业丙烷、丁烷组分的方法。

本标准适用于测定丙烷、丁烷及其烃类,但不包括浓度在 0.1% (m/m) 以下的烃类组分。还适用于测定液化石油气的各种烃类组分及其混合物(包括饱和及不饱和的 C_2 、 C_3 、 C_4 和 C_5 烃类)。不适用于“在线”色谱。

2 引用标准

GB 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸

GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯 液态采样法

3 方法概要

试样被载气带入色谱柱,在色谱柱内被分离成相应的组分,通过热导或火焰离子化检测器检测并记录其色谱图,利用相对保留值定性,按面积归一化法计算各组分的含量。

4 定义或术语

4.1 校正因子:等量不同组分在检测器中产生不等量信号,在进行计算时,所采用的校正系数。

4.2 峰:色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号的微分曲线。

4.2.1 峰面积:峰与峰底之间的面积。

4.2.2 峰高:从峰最大值到峰底的距离。

4.2.3 峰宽:在峰两侧拐点处所作切线与峰底相交两点间的距离。

半峰宽是通过在峰高的中点处作一条与基线平行的线。此线与峰两侧截段的部分。

如果基线偏离水平线而倾斜,则峰宽和半峰宽应是测量两者在水平轴上的投影部分。

4.3 分离度:两个相邻色谱峰的分离程度,以两个组分保留值之差与其平均峰宽值之比表示,由 7.4 中的式(1)计算,低于 1 的值表示重叠,大于 1 表示组分分离。

4.4 保留值

4.4.1 调整保留时间:减去死时间的保留时间。

4.4.2 调整保留体积:减去死体积的保留体积。

4.4.3 相对保留值:在相同操作条件下,组分与参比组分的调整保留值之比。

4.5 归一法:试样中全部组分都显示出色谱峰时,测量的全部峰值经相应的校正因子校准并归一后,计算每个组分含量的方法。

5 试剂与材料

5.1 试剂

5.1.1 色谱固定液。

5.1.1.1 顺丁烯二酸二丁酯。

5.1.1.2 β, β' -氧二丙腈。

5.1.1.3 癸二腈。

5.1.2 6201 色谱载体或其他红色载体:筛取 180~250 μm (见 GB 6005)的部分。

5.1.3 正戊烷或三氯甲烷:分析纯。

5.1.4 二氯甲烷、甲苯或乙醚:分析纯。

5.2 材料

5.2.1 氢气、氦气:纯度大于 99%。

5.2.2 标准气:1-丁烯、异丁烯、顺 2-丁烯、异戊烷等纯气,或已知准确组分的气体混合物。

6 仪器

6.1 进样装置:

6.1.1 气体进样阀:定量管容积不大于 0.5 mL。

6.1.2 取样管:2 mL。

6.1.3 铝箔取样袋:2 L。

6.1.4 不锈钢毛细管:内径 0.2 mm、长 2~4 m。

6.1.5 液体进样阀:定量管容积 0.5~1 μL 。

6.2 色谱柱:色谱柱及使用条件见表 1。

6.3 检测器:检测器可以是热导检测器(热丝型或热敏电阻型)或火焰离子化检测器。对 0.1%(m/m)含量的烃类组分所产生的峰高应大于噪声的两倍。如果使用电子积分仪,当分析样品时,应能测量组分浓度为 0.1%(m/m)的信号,且重复性不大于 20%(相对)。

通过注入一系列浓度变化较大,但浓度已知的标准气混合物,或通过注入已知不同分压的多种纯气体的混合物来检查仪器的响应线性。

6.4 记录仪:0~1 mV 或 0~5 mV,满刻度应答时间小于 1 s。

6.5 积分仪或数据处理机。

6.6 多孔金属过滤器:如果使用液体进样阀(6.1.5),推荐在进样阀前,装一个合适的多孔金属过滤器,以防固体颗粒进入进样阀,过滤器应恰好放在取样瓶或钢瓶的出口阀之后。

7 准备工作

7.1 固定相的制备

按液相载荷量(见表 1)先倒入固定液并加入适当的溶剂溶解。使所得溶液体积稍大于载体的体积,边搅拌边加入载体,然后轻轻地搅拌蒸发除去溶剂。