

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1756—2006

工业用甲乙酮纯度的测定 气相色谱法

Methyl ethyl ketone for industrial use
—Determination of purity
—Gas chromatographic method

2006-05-12 发布

2006-11-01 实施

前 言

本标准修改采用 ASTM D2804 - 02《气相色谱法分析甲乙酮的纯度的标准试验方法》。

本标准与 ASTM D2804 - 02 的主要差异是：

a) 推荐使用聚乙二醇 20M 毛细管柱、三氟丙基甲基聚硅氧烷毛细管柱和聚甲基硅氧烷毛细管柱，以代替原标准的聚乙二醇填充柱和大孔径的三氟丙基甲基聚硅氧烷柱。

b) 增加了标准的适用范围。

c) 采用 FID 检测器时，以氮气为载气。

d) 增加了杂质测定的重复性限(r)。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

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/TC63/SC4)归口。

本标准起草单位：上海石油化工研究院，江苏泰州石化总厂。

本标准主要起草人：张育红、马恒民、李正文。

本标准于 2006 年首次发布。

工业用甲乙酮纯度的测定 气相色谱法

1 范围

1.1 本标准规定了用气相色谱法测定工业用甲乙酮的纯度及杂质含量。

本标准适用于纯度大于 99% (质量分数) 的甲乙酮试样的测定。使用氢火焰离子化检测器 (FID) 时, 杂质的最低检测浓度为 0.001% (质量分数); 使用热导检测器 (TCD) 时, 杂质的最低检测浓度为 0.01% (质量分数)。

1.2 本标准并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。因此, 本标准的使用者应事先建立适当的安全与防护措施, 并确定适当的规章制度。

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。凡是注明日期的引用文件, 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是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件, 其最新版本适用于本标准。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则 (idt ISO 3165:1976)

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法 (通用方法)

GB/T 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分: 挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 14827 有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法

3 方法提要

在本标准规定的条件下, 将适量试样注入配置氢火焰离子化检测器 (FID) 或热导检测器 (TCD) 的色谱仪。甲乙酮与各杂质组分在色谱柱上被有效分离, 测量其峰面积, 以校正面积归一化法计算各组分的质量百分含量。校正因子通过分析对待测试样浓度相近的配制标样进行测定。

甲乙酮中的水分、酸度及不挥发物等杂质用相应的标准方法进行测定, 并将所得结果对色谱分析数据进行归一化处理。

4 试剂与材料

4.1 载气: 使用 FID 时以氮气作载气, 使用 TCD 时以氦气或氢气作载气, 纯度 $\geq 99.99\%$ (体积分数)。

4.2 燃烧气 (FID): 氢气, 纯度 $\geq 99.99\%$ (体积分数)。

4.3 标准物质: 供测定校正因子用, 包括甲乙酮、正己烷、异丙醚、正丙醚、丙酮、1-辛烯、仲丁醚、乙酸乙酯、叔丁醇、甲醇、异丙醇、乙醇、正丁醚、仲丁醇以及正丙醇等。其中甲乙酮用作配制标样的基液, 纯度应不低于 99.7% (质量分数), 其他标准物质的纯度应不低于 99% (质量分数)。