



SH/T1488-1992

中华人民共和国石油化工行业标准

# 高纯度芳烃中非芳烃的测定 气相色谱法

SH/T 1488—92

2000年确认  
20002100

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定高纯度芳烃(单一的或混合芳烃)中非芳烃的含量。

本标准适用于以气相色谱法测定高纯度芳烃中碳原子数不超过  $C_{11}$  的非芳烃总量。试样中的非芳烃总量应低于 1% ( $m/m$ ), 而对单一非芳烃的最低检测浓度为 2 mg/kg。

## 2 方法概要

试样通过注射器注入并被载气带入色谱柱, 使欲测定的非芳烃杂质与芳烃分离, 流出物由氢火焰离子化检测器检测并记录色谱图。以正十二烷为标准物质, 用外标法计算非芳烃的含量。

## 3 材料与试剂

### 3.1 载气和辅助气体

#### 3.1.1 载气

氮气, 纯度大于 99.9%。

#### 3.1.2 辅助气体

燃气: 氢气, 纯度大于 99.9%。

助燃气: 干燥压缩空气。

### 3.2 试剂

三氯甲烷(氯仿): 分析纯

正十二烷、苯、甲苯、对二甲苯增均为色谱纯。

### 3.3 载体

载体: chromosorb-P, 60~80目。

### 3.4 固定液

N, N'-双(2-氰乙基)甲酰胺。

## 4 仪器

备有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪, 在规定条件下操作时, 对非芳烃的最小响应值为  $8\text{mm}^2/\text{ppm}$ 。

### 4.1 注射器

10 $\mu\text{L}$  微量注射器。

### 4.2 色谱柱

#### 4.2.1 柱管材质

紫铜管或不锈钢管,柱长 3m,内径 4~5mm。

## 2.2 色谱柱制备

按照载体与固定液为 100:30(*m/m*)的比例,分别称取 9g 固定液和 30g 载体,然后向固定液中加入定量氯仿使其充分溶解,该溶液的最终体积应与称取的载体体积大致相同,然后将载体慢慢倒入该溶液,并使载体均匀浸渍。在红外灯下缓慢干燥,待溶剂完全蒸发后,即可进行装柱,柱子的填充必须均匀紧密。

## 2.3 色谱柱的老化

将填充好的色谱柱在操作温度(120℃)下老化 12h。所用载气及流速与分析时相同。

## 3 记录装置

记录仪,积分仪或微处理机。

### 测定步骤

色谱仪启动后,进行必要的调节,以达到下列典型分析条件。待仪器稳定后,即可开始测定。

载气(N<sub>2</sub>)流量: 35mL/min,或能获得良好分离的其他流速;

燃气(H<sub>2</sub>)流量: 40mL/min;

助燃气(空气): 600mL/min;

柱温: 120℃,或能获得良好分离的其他适宜温度;

汽化温度: 250℃;

检测器温度: 250℃;

进样量: 7μL。

## 5.1 测定

5.1.1 校正因子的测定: 选用不含正十二烷的对二甲苯,甲苯或其他适宜的物质作为溶剂,配制与待测样品中非芳烃总量相近的正十二烷标准样品。在上述操作条件下进行重复测定并记录色谱图和测定正十二烷的峰面积。

正十二烷的质量校正因子按式(1)计算:

$$\rho = C/A \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $\rho$  ——正十二烷的质量校正因子;

$C$  ——正十二烷的含量,mg/kg;

$A$  ——正十二烷的峰面积。

### 5.1.2 测定

在相同操作条件下,将试样注入色谱柱,连续测定两次,记录色谱图和测定待测组分的峰面积。

## 5.2 典型色谱图

典型色谱图如下图所示。