

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1627.2—1996

工业用乙腈纯度及有机杂质的测定 气 相 色 谱 法

1996-05-24 发布

1996-12-01 实施

中国石油化工总公司 发布

前 言

本标准等效采用国外先进标准。本标准增加了毛细管色谱柱,采用内标定量法以提高定量准确度,并提出方法精密度。

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提出并归口。

本标准由中国石油化工总公司上海石油化工研究院和上海石油化工股份有限公司化工二厂起草。

本标准主要起草人:蒋立文、梁成发、徐红斌、俞婉青。

本标准于1996年5月24日首次发布。

中华人民共和国石油化工行业标准

工业用乙腈纯度及有机杂质的测定 气相色谱法

SH/T 1627.2—1996

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定工业用乙腈中有机杂质,以及用差减法计算乙腈纯度。

本标准适用于工业用乙腈中的丙酮、丙烯腈、重组分(含丙腈)含量及乙腈纯度的测定。丙酮、丙烯腈最小测定浓度为 0.001%(*m/m*),重组分(含丙腈)最小测定浓度为 0.01%(*m/m*),乙腈纯度为 98.0%(*m/m*)以上。

本标准推荐的填充色谱柱不适用于测定丙腈峰后流出的重组分,仲裁检验须使用毛细管柱。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3723—83 工业用化学品采样安全通则(eqv ISO 3165:1976)

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

GB/T 9722—88 化学试剂 气相色谱法通则

SH/T 1627.1—1996 工业用乙腈

3 方法提要

液体试样用微量注射器注入进样装置气化后,在载气带动下进入色谱柱,使各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器进行检测,记录色谱图,用内标法定量,计算各有机杂质的含量。乙腈纯度由差减法求得。

4 试剂和材料

4.1 载气和辅助气体

4.1.1 载气

氮气:纯度不小于 99.9%(*V/V*),经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.1.2 辅助气

a) 氢气或氦气:纯度不小于 99.9%(*V/V*),经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

b) 空气(压缩空气):经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.2 固定液:聚乙二醇 400(PEG 400) β, β' -氧化二丙腈(β, β' -OD PN)。

4.3 载体:Chromosorb WAW-DMCS,粒径 0.177 ~ 0.250 mm(60~80 目)。

4.4 毛细管色谱柱:FFAP 键合固定相石英弹性毛细管色谱柱(Polyethylene Glycol-TPA phase),长 50 m,内径 0.32 mm,液膜厚度 0.52 μm 。