

甲苯中烃类杂质的气相色谱测定法

GB/T 3144—82

(1990年确认)

Toluene—determination of hydrocarbon impurities—gas chromatographic method

本标准是参考ISO 5279制订的。适用于测定甲苯中的烃类杂质。其中包括苯，C₈芳烃及直至正壬烷的非芳烃。对每组杂质的测量范围是0.01~1.00%（质量比）。

1 方法概要

将已知量的内标物加入试样内，用注射器取一定量的该混合物注入色谱仪汽化室，汽化的混合物被载气携带进色谱柱，流出的每一组分由火焰离子检测器检测，并在记录器上记录色谱图。

用杂质的相对保留时间定性、用杂质相对于内标物色谱峰面积定量。

计算时要考虑检测器对各组分的相对校正因子。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 色谱仪：带火焰离子检测器，能满足试验条件要求的任何型号的色谱仪。仪器应有足够的灵敏度，含有0.005%（质量比）乙基苯的混合物，在规定的试验条件下，得到的峰高至少为噪音的两倍。

2.1.2 分析天平：感量为1/1000克。

2.1.3 注射器：1微升，10微升，50微升，10毫升和50毫升。

2.1.4 色谱柱：不锈钢管、铜管、铝管或玻璃管制成，长为4米，内径为2毫米。

2.2 材料

2.2.1 带塞容量瓶：10毫升。

2.2.2 氢气：氧含量不高于0.0005%（体积比）。

2.2.3 氮气。

2.2.4 压缩空气。

2.2.5 氧气调节器。

2.2.6 标准筛：60目和80目。

3 试剂

3.1 正己烷

色谱纯（不含有苯、正癸烷及乙基苯）。

3.2 内标物

正癸烷，纯度不低于99%（质量比）。

3.3 标准物质

纯度不低于99%（质量比）。

3.3.1 苯。

3.3.2 甲苯。

3.3.3 乙基苯。

3.3.4 正十一烷。

3.4 固定相

3.4.1 聚乙二醇1500。

3.4.2 6201担体（60~80目）。

4 准备工作

4.1 固定相的配制

称取12.3克聚乙二醇1500，溶解于50毫升合适的溶剂中（如甲醇）。把溶液倒入37.5克6201担体，轻轻搅拌。用红外灯缓缓烘烤、蒸发溶剂，直到把溶剂蒸干。涂好的固定相如果有粉末，可再次过筛，以提高柱效。

4.2 色谱柱的填充及老化

将色谱柱一端用多孔金属网或玻璃毛塞住，接在真空泵上。另一端接一个漏斗，把制备好的固定相通过漏斗装进色谱柱内。装柱时边抽气边敲打或震动柱子，以保证填充均匀。当柱子填充满后，拔下色谱柱，停泵。倒出少量固定相，然后用多孔金属网或玻璃毛把这端塞住。

把色谱柱安装在色谱仪上，经试漏检查后，在高于使用温度20~50℃的条件下，通载气老化，直至基线稳定为止。

4.3 色谱柱性能检查

4.3.1 在规定的试验条件下，色谱柱应能将内标物和其他所有组分完全分离开。

4.3.2 配制含有0.10%（体积比）乙基苯的甲苯混合物。取该混合物1微升，注入色谱仪汽化室，记录色谱图。测量甲苯，乙基苯两峰谷到基线的高。两峰谷到基线的高不应超过乙基苯峰高的10%。

4.4 校正因子测定

4.4.1 用注射器取10毫升正己烷注入清洁、干燥、带塞的10毫升容量瓶内。用50微升注射器分别将正癸烷、苯、甲苯和乙基苯各50微升依次注入到容量瓶内。用增量法分别称出各组分的质量，称准至0.2毫克。

4.4.2 按照表3规定的试验条件，待仪器稳定后，往色谱仪注入上述标准样，并记录色谱图。

4.4.3 按（1）式计算各组分的相对校正因子：

$$F_i = \frac{A_i \cdot ML}{M_i \cdot AL} \dots \dots \dots (1)$$

式中： F_i —— i 组分的相对校正因子；

A_i —— i 组分的峰面积；

AL ——正癸烷的峰面积；

M_i —— i 组分的质量，克；

ML ——正癸烷的质量，克。

如果用上述试验步骤得到的相对校正因子与表1给出的典型校正因子之差超过给定值的10%，则需重新用第二个标样检查，直至两数之差小于10%，测定值才可使用。

表1 典型的校正因子

校准物质	典型校正因子
正癸烷	1.00
苯	1.17
甲苯	1.10
乙基苯	1.02