



中华人民共和国国家标准

GB/T 30053—2013

粗苯中三苯含量的测定方法

Determination of Benzene, toluene and xylene in crude benzene

2013-12-17 发布

2014-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会(SAC/TC 469)提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会煤化工产品检测方法分技术委员会(SAC/TC 469/SC4)归口。

本标准负责起草单位:国家煤及煤化工产品质量监督检验中心、济源市金马焦化有限公司、山西焦化股份有限公司。

本标准参与起草单位:太原宝源化工有限公司、山西三维集团股份有限公司、北京中科慧杰分析科技有限公司、山西诚宏福得一化工有限公司、辽宁科瑞色谱技术有限公司。

本标准主要起草人:智建宁、李晋凯、赵建斌、陈战群、张建忠、薛春水、马秀东、郭俊杰、关文顺、康立贤、乔宏芳。

粗苯中三苯含量的测定方法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。粗苯易燃、有毒、有害,操作时要戴防毒口罩、防护眼镜和防护手套。样品准备和试验操作应在强制通风橱中进行,并与火源保持距离。本标准未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

本标准涉及的一些操作可能产生废物,对环境产生影响。制定安全作业和使用后处置这些物质的适当文件是必要的。

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定粗苯中三苯含量的原理、试剂和材料、仪器设备、试验准备、试验步骤、结果计算、方法精密度和试验报告。

本标准适用于粗苯中三苯含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 4946 气相色谱法术语

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9977 焦化产品术语

3 术语和定义

GB/T 4946、GB/T 9977 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

三苯 benzene toluene xylene; BTX

苯、甲苯、二甲苯(包括对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯)的总称。

4 原理

试样被载气(N_2)带入色谱柱,用交联键合聚乙二醇(PEG-20M)石英弹性毛细管色谱柱对组分进行分离,氢火焰离子化检测器(FID)分析苯、甲苯、二甲苯(对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯)的含量。用色谱工作站,将试样组分与标准样品中各组分的色谱峰对比,根据保留时间对各组分定性,按面积归一法对各组分定量。

5 试剂和材料

5.1 苯、甲苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯:色谱纯。

5.2 氢氧化钠或氢氧化钾:化学纯。

5.3 氢气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.4 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.5 净化空气:无腐蚀性杂质。

5.6 磨口锥形瓶:500 mL 带盖。

5.7 微量进样器:1 μL 、50 μL 。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪

具有程序升温功能,配有毛细管色谱柱分流/不分流进样口、氢火焰离子化检测器、色谱工作站,采用微量进样器进样。仪器的灵敏度满足 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 的规定。

6.2 色谱柱

6.2.1 色谱柱类型

固定相交联键合的聚乙二醇(PEG-20M)石英弹性毛细管色谱柱,60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.5 μm 或能达到分离要求的其他毛细管柱。

6.2.2 色谱柱的分离度

相邻组分色谱峰的分离度 R 应大于 1.5。

色谱柱的分离度按式(1)计算:

$$R = 2 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{w_1 + w_2} \geq 1.5 \quad (1)$$

式中:

R ——分离度;

t_{R1} 、 t_{R2} ——相邻两色谱峰的保留时间,见图 1;

w_1 、 w_2 ——相邻两色谱峰的峰宽,即在峰两侧拐点处所作切线与峰底相交,得出的两点间的距离,见图 1。

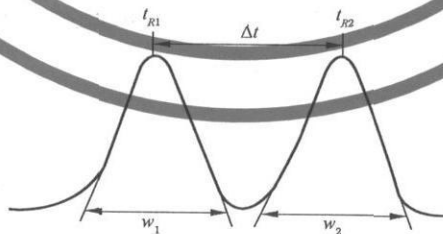


图 1 色谱柱的分离度

6.2.3 色谱柱的老化

把色谱柱安装在色谱仪上,经试漏检查后,充载气老化,直至基线稳定为止。初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升到 250 $^{\circ}\text{C}$,保持 120 min。

7 试验准备

7.1 色谱工作条件

典型色谱仪工作条件见表 1。

表 1 典型色谱工作条件

色谱仪	工作条件	
进样系统	载气(N ₂)流量/(mL/min)	100
	进样模式	分流
	汽化室温度/℃	250
	分流比	100 : 1
	进样量/μL	0.5
色谱柱	类型	交联键合的聚乙二醇(PEG-20M)石英弹性毛细管色谱柱
	柱长度/m	60
	内径/mm	0.32
柱箱	最高温度/℃	260
	程序升温方式	初温 50 ℃,保持 10 min,以 5 ℃/min 升到 90 ℃,保持 10 min; 以 10 ℃/min 升到 200 ℃,保持 17 min
检测器	检测器类型	FID
	检测器温度/℃	250
	尾吹气类型	氮气
	参比流量/(mL/min)	100
	氢气流量/(mL/min)	30
	空气流量/(mL/min)	300
	尾吹气流量/(mL/min)	30
信号	最小峰面积/μV·S	100
	斜率	70

注：色谱条件允许根据实际情况适当变动。

7.2 样品的准备

7.2.1 标准样品的准备

量取 5mL 甲醇分别放入 5 个 10 mL 带塞的玻璃容器中,用 50 μL 进样器将 25 μL 色谱纯的苯、甲苯、对二甲苯、间二甲苯和邻二甲苯分别注入玻璃容器内,混合均匀,备用。

7.2.2 分析试样的准备

按照 GB/T 1999 的规定,采取不少于 1 000 mL 的代表性试样。将 300 mL 试样置于清洁干燥的 500 mL 具塞三角瓶中,加入约 100 g 氢氧化钠或氢氧化钾进行脱水,盖塞充分振荡 5 min,静置 5 min,

振荡静置反复三次。分析前使试样达到室温,用移液管量取上层液体 10 mL 注入清洁、干燥带塞的 20 mL 试样瓶内,备用。

8 试验步骤

8.1 标准样品和分析试样的注入

待仪器稳定后,按表 1 规定的试验条件,用 1 μ L 进样器往色谱仪中分别注入 0.5 μ L 的标准样品(见 7.2.1)和分析试样(见 7.2.2),色谱工作站记录色谱图和峰面积。

8.2 组分的定性分析

将试样组分的色谱峰与标准样品相应组分的色谱峰对比,根据保留时间进行组分定性。标准样品中各组分的保留时间见表 2。

表 2 标准样品中各组分的保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
0	甲醇	7.82
1	苯	9.08
2	甲苯	14.18
3	对二甲苯	19.05
4	间二甲苯	19.43
5	邻二甲苯	21.65

8.3 组分的定量分析

采用峰面积归一法对组分进行定量分析。根据粗苯中三苯峰面积之和与粗苯中所有组分的峰面积之和的比值,计算粗苯中三苯的质量分数(%)。分析结果取两次重复测定的平均值,按 GB/T 8170 数值修约规则,将数值修约到二位小数报出。

粗苯中各组分的典型色谱图见图 2。

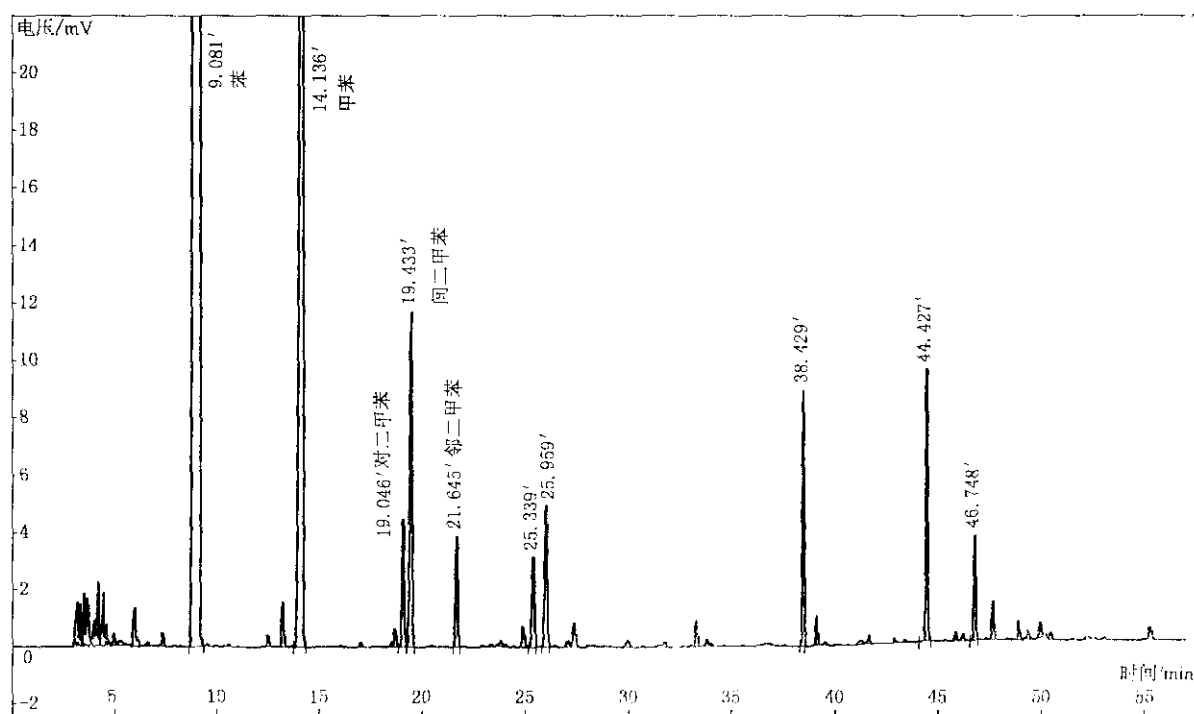


图2 粗苯中组分的典型色谱图

9 结果计算

粗苯中三苯的质量分数(X)按式(2)计算:

$$X = \frac{\sum_{j=1}^5 (f_j \times A_j)}{\sum_{i=1}^n (f_i \times A_i)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X —— 试样中三苯的质量分数, %;

f_j —— 试样中苯、甲苯、对二甲苯、间二甲苯和邻二甲苯的校正因子, 均取 1.00;

A_j —— 试样中苯、甲苯、对二甲苯、间二甲苯和邻二甲苯的峰面积, 单位为微伏秒($\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

f_i —— 试样中 i 组分的校正因子, 均取 1.00;

A_i —— 试样中 i 组分的峰面积, 单位为微伏秒($\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

n —— 试样中检出组分总数。

10 方法精密度

精密度以三苯含量的绝对值差表示。

10.1 重复性限 r

r 不大于 0.50%。

10.2 再现性临界差 R

R 不大于 0.90%。

11 试验报告

试验结果报告应包括以下信息：

- a) 样品标识；
 - b) 依据标准；
 - c) 试验结果；
 - d) 与标准的任何偏离；
 - e) 试验中出现的异常现象；
 - f) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粗苯中三苯含量的测定方法
GB/T 30053-2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

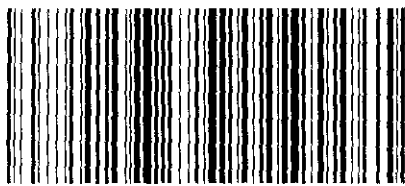
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48231 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 30053-2013

打印日期: 2014年7月28日 F055