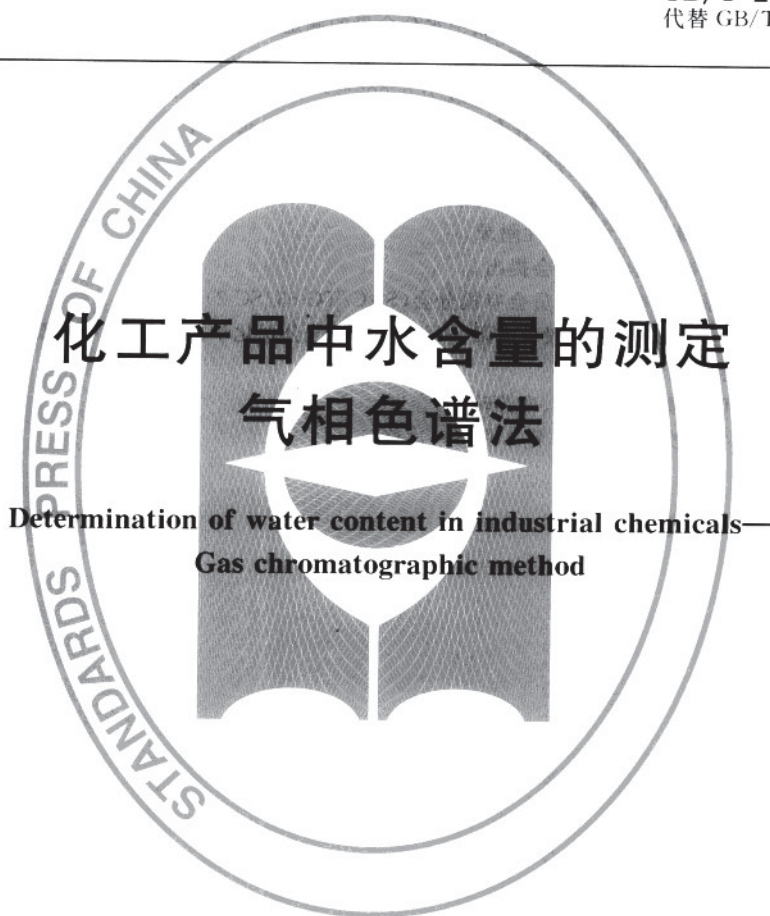


UDC 71.040
G 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 2366—2008
代替 GB/T 2366—1986



2008-05-14 发布

2008-10-01 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

本标准代替 GB/T 2366—1986《化工产品中水分含量的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 2366—1986 相比主要变化如下：

- 水含量测定范围由 0.05%~1.0% 修改为 0.003%~1.0% (见第 1 章)；
- 增加了典型化工产品的色谱操作条件和典型色谱图 (见附录 A)；
- 增加了内加法计算水含量的公式 (见 3.8.5.2)；
- 增加了正庚烷饱和水溶解度表 (见附录 B)。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会 (SAC/TC 63/SC 2) 归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司化学品事业部、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：周世旺、赵兵、郭燕玲、陶春生。

本标准于 1980 年首次发布；1986 年 4 月第一次修订。

化工产品中水含量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定化工产品中水含量的试验方法。

本标准适用于液体有机物水含量的测定,其中包括醇类、酮类、烃类、卤代烃、酯类等。测定水含量(质量分数)的范围为0.003%~1.0%。

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 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 试验方法

3.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

3.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682—1992规定的三级水。

3.3 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,将标准样品和适量样品分别注入气相色谱仪使水与其他组分得到分离,用热导检测器检测,测量样品和标样中水的峰高或峰面积,用外标法或内加法定量。

3.4 试剂

3.4.1 载气:氢气或氮气,体积分数不低于99.9%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

3.4.2 正庚烷;

3.4.3 苯;

3.4.4 无水有机溶剂;使用外标法测定产品水质量分数大于0.1%时,可使用与样品相同的有机溶剂,该有机溶剂使用分子筛或其他脱水物质脱水后所含的痕量水在表A.1色谱工作条件下测定应无水峰,且该有机溶剂具有与水互溶的特性。使用者也可根据需要,选择其他相关试剂。亦可购买市售标准样品。

3.5 仪器

3.5.1 气相色谱仪:配有热导检测器,整机灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722—2006中的有关规定,对第1章中测定范围内所示最低含水量产生峰高应大于噪声的两倍。当分析高沸点样品时仪器需配备反吹装置。

3.5.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站。

3.5.3 进样器:微量进样器,1 μL 或 10 μL 。

3.6 推荐的典型色谱操作条件

推荐的典型色谱操作条件参见附录 A 表 A.1。典型色谱图参见附录 A.2 图 A.2.1~图 A.2.12。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

3.7 采样

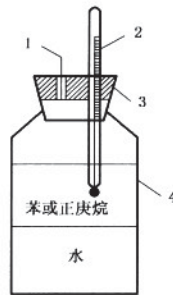
按 GB/T 3723 及相应产品中规定的采样方法采取有代表性的样品供分析用。

3.8 分析步骤

3.8.1 正庚烷-水饱和溶液标准样品和苯-水饱和溶液标准样品的制备

将适量的正庚烷或苯置于分液漏斗中,加入同体积的水振荡,洗去水溶性物质,洗涤次数不少于 5 次,最后一次充分振荡后连水一起装入 500 mL 正庚烷或苯-水平衡瓶中(见图 1),即为正庚烷或苯-水饱和溶液,静置 10 min 后可使用。每次使用前需摇匀,静止 2 min 后再用。必要时,将正庚烷或苯-水平衡瓶至于恒温水浴中。

根据瓶中显示温度(温度计精度应为 0.1°C)查饱和水溶解度表(见附录 B 表 B.1 和表 B.2),得出相应的正庚烷或苯中饱和水含量。



- 1——抽样孔;
2——温度计;
3——聚四氟乙烯塞子;
4——玻璃瓶。

图 1 正庚烷或苯-水平衡瓶

3.8.2 有机溶剂标准样品的制备

在碘量瓶中加入无水有机溶剂,根据被分析样品的大致含水量,加入与被测样品含水量相近的水,精确至 0.0001 g ,摇匀,即为标准样品。

3.8.3 设定操作条件

根据仪器操作说明书,在色谱仪上安装并老化色谱柱。调节仪器至表 A.1 所示的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。

3.8.4 样品的测定

3.8.4.1 校正

在每次试样分析前应按实际情况选择与被测样品含水量相近的标准样品进行校正。当被测样品水的质量分数小于 0.05% 时,用正庚烷-水饱和溶液标准样品;当被测样品水的质量分数为 $0.05\% \sim 0.1\%$ 时,用苯-水饱和溶液标准样品;当被测样品水的质量分数为 $0.1\% \sim 1.0\%$ 时,采用与样品相同的有机溶剂配制的标准样品。在表 A.1 推荐的色谱操作条件下,将适量的标样注入色谱仪,以获得水的峰高或峰面积,重复测定两次,取其平均值供定量计算用。

3.8.4.2 外标法测定

在表 A.1 推荐的色谱操作条件下,注入与标准样品相同体积的试样于色谱仪,以获得水的峰高或峰面积,重复测定两次,取其平均值供定量计算用。

3.8.4.3 内加法测定

将适量样品注入色谱仪,以获得水的峰面积,重复测定两次,取其平均值供定量计算用。

向已称量的碘量瓶中加入被测样品并称量,再向其中加入一定量的水再称量,称量均精确至 0.0001 g,得到加水样品。注入与样品等体积的加水样品于色谱仪,以获得水的峰面积,重复测量两次,取其平均值供定量计算用。

3.8.5 结果计算

3.8.5.1 外标法测定的水的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{V_s \cdot \rho_s \cdot h_A \cdot w_s}{V \cdot \rho \cdot h_{As}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_s ——标准样品的体积的数值,单位为微升(μL);
- ρ_s ——标准样品有机溶剂的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- h_A ——样品中水的峰高或峰面积;
- w_s ——标准样品中水的以%表示的质量分数;
- V ——样品的体积的数值,单位为微升(μL);
- ρ ——样品的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- h_{As} ——标准样品中水的峰高或峰面积。

3.8.5.2 内加法测定的水的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_x}{A_m - A_x} \times w_m \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_m ——样品中加入的水的以%表示的质量分数;
- A_x ——样品中水的峰面积;
- A_m ——加水后样品中水的峰面积。

对于任一试样,分析结果的数值修约按 GB/T 8170 规定进行,并以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果。结果应精确至 0.001%。

4 重复性

在同一实验室,由同一操作员使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的二次独立测试结果的绝对差值,不应超过下列重复性限 r ,以超过重复性限 r 的情况不超过 5% 为前提。

当水的质量分数 $\leq 0.1\%$ 时, r 为这两个测定值的算术平均值的 20%; 当水的质量分数为 0.1% ~ 1.0% 时, r 为这两个测定值的算术平均值的 10%。

5 试验报告

报告应包括下列内容:

- a) 样品名称、批号、采样地点、采样日期及时间等;
- b) 本标准代号;
- c) 分析结果;
- d) 测定中观察到的任何异常现象任何的细节及其说明;
- e) 分析人员姓名及分析日期。

附录 A

(资料性附录)

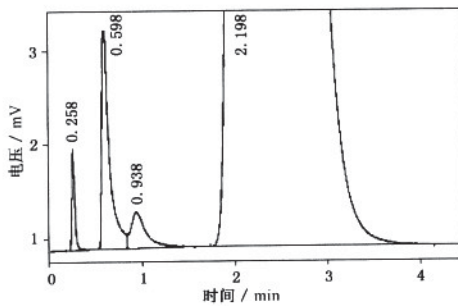
推荐的典型样品色谱操作条件及典型色谱图

A.1 推荐的典型色谱操作条件(见表 A.1)

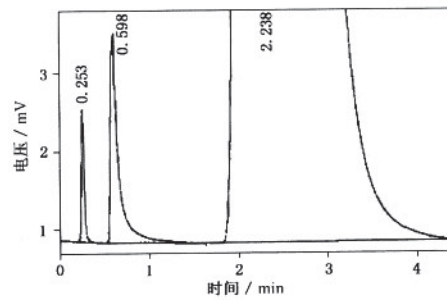
表 A.1 推荐的典型样品色谱操作条件

样品名称	二氯甲烷、 三氯甲烷、 三氯乙烯	丙酮、 异丙醇	四氢呋喃、 乙酸乙酯、 正丁醇、 丙烯酸	丙烯酸甲酯	环氧氯丙烷	丙烯酸 乙酯	丙烯酸正 丁酯
检测器	热导检测器						
色谱柱	1 m×3 mm	2 m×3 mm					
填充物/ μm	GDX-101/250~180					GDX-104/425~250	
填充量/g	3.0	6.0				4.2	
气化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	200	170	190				
检测室温度/ $^{\circ}\text{C}$	200	170	190				
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	160	160	180				
桥流/mA	90	140					
载气	氢气或氮气						
进样量/ μL	10	2	4	2	4		
载气流量/(mL/min)	50	85	90	135	145		
辅助工具	反吹	无					
注: 其他液体有机物含水量测定亦可参照本标准推荐的典型样品色谱操作条件。							

A.2 典型色谱图(见图 A.2.1~图 A.2.12)



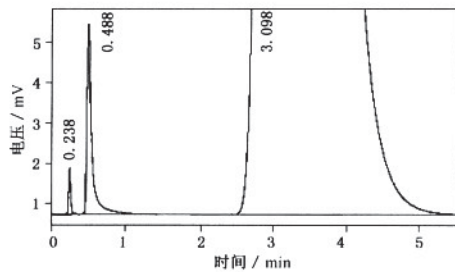
1—空气;
2—水;
3—丙酮。



1—空气;
2—水;
3—异丙醇。

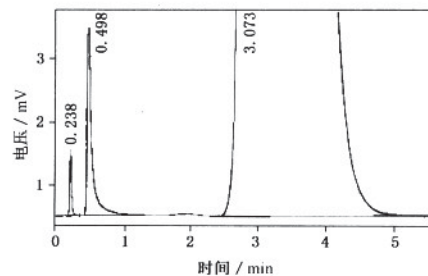
图 A.2.1 丙酮在 GDX-101 填充柱上典型色谱图

图 A.2.2 异丙醇在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



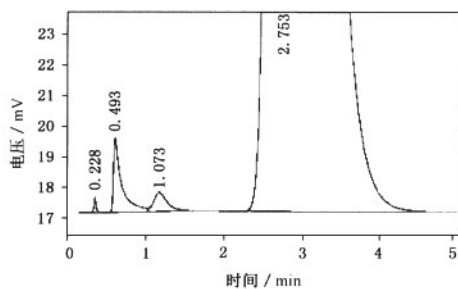
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—四氢呋喃。

图 A.2.3 四氢呋喃在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



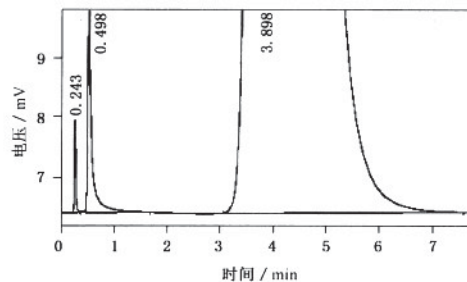
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—丙烯酸甲酯。

图 A.2.4 丙烯酸甲酯在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



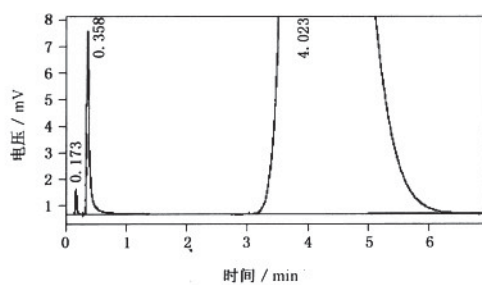
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—乙酸乙酯。

图 A.2.5 乙酸乙酯在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



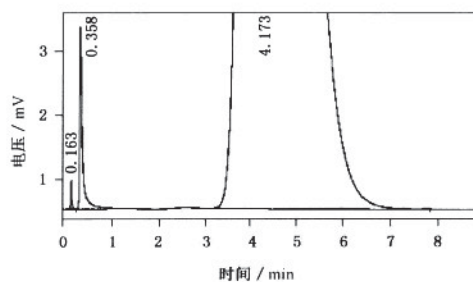
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—正丁醇。

图 A.2.6 正丁醇在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



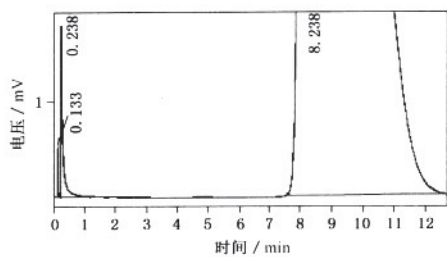
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—环氧氯丙烷。

图 A.2.7 环氧氯丙烷在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



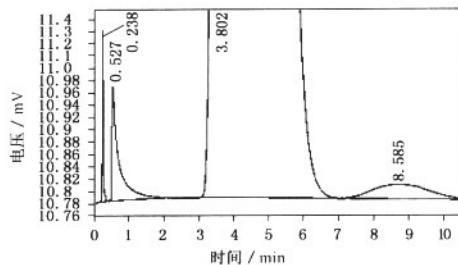
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—丙烯酸乙酯。

图 A.2.8 丙烯酸乙酯在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



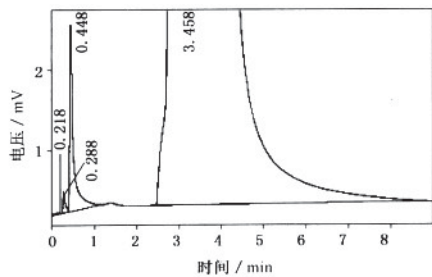
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—丙烯酸正丁酯。

图 A.2.9 丙烯酸正丁酯在 GDX-104 填充柱上典型色谱图



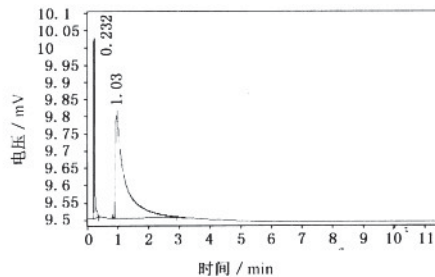
- 1—空气;
- 2—水;
- 3—苯。

图 A.2.10 苯在 GDX-104 填充柱上典型色谱图



- 1—空气;
- 2—水;
- 3—丙烯酸。

图 A.2.11 丙烯酸在 GDX-101 填充柱上典型色谱图



- 1—空气;
- 2—水。

图 A.2.12 卤代烃类在带有反吹装置 GDX-101 填充柱上典型色谱图

附录 B
(资料性附录)
饱和和水溶解度表

B.1 正庚烷中饱和和水溶解度

表 B.1 给出了正庚烷在水中 10℃~35℃ 时正庚烷中饱和和水溶解度, 根据正庚烷-水饱和溶液的温度查表 B.1, 可得正庚烷在水中的饱和溶解度。

表 B.1 正庚烷中饱和和水溶解度

温度/℃	水含量/%	温度/℃	水含量/%	温度/℃	水含量/%
10	0.035	19	0.044	28	0.055
11	0.036	20	0.045	29	0.057
12	0.037	21	0.046	30	0.058
13	0.038	22	0.047	31	0.060
14	0.039	23	0.049	32	0.061
15	0.040	24	0.050	33	0.063
16	0.041	25	0.051	34	0.064
17	0.042	26	0.053	35	0.066
18	0.043	27	0.054		

B.2 苯中饱和和水溶解度

表 B.2 给出了在 10℃~39℃ 时苯中饱和和水溶解度, 根据苯-水饱和溶液的温度查表 B.2, 可得苯在水中的饱和溶解度。

表 B.2 苯中饱和和水溶解度

温度/℃	水含量/%	温度/℃	水含量/%	温度/℃	水含量/%
10	0.044 0	20	0.061 4	30	0.085 9
11	0.045 7	21	0.063 5	31	0.088 8
12	0.047 4	22	0.065 5	32	0.091 8
13	0.049 1	23	0.067 6	33	0.094 7
14	0.050 8	24	0.069 6	34	0.097 7
15	0.052 5	25	0.071 6	35	0.100 6
16	0.054 3	26	0.074 5	36	0.105 5
17	0.056 1	27	0.077 3	37	0.110 4
18	0.057 9	28	0.080 2	38	0.115 3
19	0.059 7	29	0.083	39	0.120 2