



中华人民共和国国家标准

GB/T 8038—2009
代替 GB/T 8038—1987

焦化甲苯中烃类杂质的气相 色谱测定方法

Toluene of coal carbonization—Determination of hydrocarbon
impurities gas chromatographic method

2009-07-08 发布

2010-04-01 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 8038—1987《焦化甲苯中烃类杂质的气相色谱测定方法》。

本标准与 GB/T 8038—1987 相比主要变化如下：

——增加了“范围”和“规范性引用文件”；

——增加了仪器的内容；

——规范了部分单位表示和文本格式。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：武汉科技大学、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：何选明、赵敏伦、李耀拉、李铁鲁、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8038—1987。

焦化甲苯中烃类杂质的气相色谱测定方法

1 范围

本标准规定了焦化甲苯中烃类杂质的气相色谱测定的原理、采样、试剂、仪器和材料、准备工作、试验步骤、结果计算、精密度。

本标准适用于焦化甲苯中烃类杂质,包括苯、C8 芳烃直至正壬烷的非芳烃的测定,对每组杂质的测量范围是 0.01%~0.03%(质量分数)。

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 1999 焦化油类产品取样方法。

3 原理

将已知量的内标物加入试样中,用注射器取一定量的该混合物注入色谱仪气化室,气化的混合物被载气携带进色谱柱层析,由氢火焰离子化检测器检测流出的每个组分,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的色谱峰面积定量。

计算时要考虑检测器对各组分的相对校正因子。

4 采样

按 GB/T 1999 的规定,从大量的物料中随机取出不少于 1 000 mL 的代表性试样。

5 试剂

5.1 正己烷:色谱纯(不含有苯、正癸烷及乙基苯)。

5.2 内标物:正癸烷,纯度不小于 99%(质量分数)。

5.3 标准物:纯度不低于 99%(质量分数)。

5.3.1 苯:分析纯。

5.3.2 甲苯:分析纯。

5.3.3 乙基苯:分析纯。

5.4 固定相

5.4.1 聚乙二醇 1 540 或 1 500。

5.4.2 经酸洗过后的 6 201 担体(0.177 mm~0.25 mm)。

6 仪器和材料

6.1 仪器

6.1.1 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,使含有 0.005%(m/m)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。

6.1.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

6.1.3 分析天平:感量为 0.000 1 g。

6.1.4 注射器:1 μL, 10 μL, 50 μL, 10 mL。

6.1.5 色谱柱:长 4 m, 内径 2 mm。不锈钢管、铜管、铝管或玻璃管制成的色谱柱或具有相同灵敏度的商品毛细管柱。

6.1.6 带塞容量瓶:10 mL、25 mL 和 50 mL。

6.2 材料

6.2.1 氢气:氧含量不高于 0.000 5%(体积分数)。

6.2.2 空气:净化后的压缩空气。

6.2.3 标准筛:筛孔 0.177 mm 和 0.25 mm。

7 准备工作

7.1 固定相的配制:称取 12.5 g 聚乙二醇 1 540 或者 1 500,溶于 50 mL 适当的溶剂中(如甲醇)。把溶液倒入 37.5 g 6 201 担体中,轻轻搅拌,并用红外线灯缓缓烘烤、蒸发溶剂至干。涂好的固定相如果有粉末,可再次过筛以提高柱效。

7.2 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。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。

7.3 色谱柱性能检查

7.3.1 在规定的试验条件下,色谱柱应能将内标物和其他组分完全分离开。

7.3.2 配制含有 0.25%(体积分数)乙基苯的甲苯混合物。取该混合物 1 μL,注入色谱仪,记录色谱图并测量甲苯、乙基苯两峰谷到基线的高。在使用积分仪时,两峰谷的高不应超过乙基苯峰高的 2%;如果手工测量时,两峰谷到基线的高不应超过乙基苯峰高的 10%。

7.4 校正因子的测定

7.4.1 用注射器取出 10 mL 正己烷注入清洁、干燥、带塞的 25 mL 容量瓶内。用 50 μL 注射器分别将正癸烷、苯、甲苯和乙基苯各 50 μL 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 0.1 mg。然后再加入正己烷至容量瓶的刻度,混合均匀,此液即为测定校正因子的标准样。

7.4.2 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。

7.4.3 按式(1)计算各组分的相对校正因子:

$$F_i = \frac{A_i}{A_0} \times \frac{0.730}{\rho_i} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

F_i —— i 组分的相对校正因子;

A_i —— i 组分的峰面积,单位为平方毫米(mm²);

A_0 ——正癸烷的峰面积,单位为平方毫米(mm²);

ρ_i —— i 组分的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

0.730——正癸烷的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

($\rho_{\text{苯}}=0.879$ g/cm³, $\rho_{\text{乙基苯}}=0.867$ g/cm³)

7.4.4 如果通过上述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 典型相对校正因子

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

7.5 相对保留时间的测定

7.5.1 用注射器取 10 mL 正己烷注入清洁、干燥、带塞的 10 mL 容量瓶内,用 50 μ L 注射器分别将苯、正癸烷、甲苯、乙基苯、间二甲苯、对二甲苯和邻二甲苯各 50 μ L 依次注入容量瓶内,混合均匀。即为测定组分相对保留时间的标准样。

7.5.2 在表 3 规定的试验条件下,往色谱仪注入上述标样,记录各组分的保留时间。以内标物正癸烷为基准,计算出各组分的相对保留时间。用此相对保留时间进行定性。测定的各组分典型相对保留时间如表 2。

表 2 各组分典型相对保留时间

组 分	固定液 1 540		固定液 1 500	
	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间
苯	4 min 41 s	0.85	4 min 41 s	0.86
正癸烷	5 min 27 s	1.00	5 min 36 s	1.00
甲苯	7 min 42 s	1.41	7 min 50 s	1.41
乙基苯	12 min 12 s	2.24	12 min 30 s	2.24
间-二甲苯	12 min 39 s	2.32	12 min 48 s	2.29
对-二甲苯	12 min 52 s	2.36	13 min 10 s	2.36
邻-二甲苯	16 min 41 s	3.06	16 min 58 s	3.04

8 试验步骤

8.1 按表 3 所规定的试验条件把仪器调整好。

表 3 试验条件

柱 温	100 $^{\circ}$ C(允许上下调整 20 $^{\circ}$ C)
载气(H_2)流速	调整到甲苯的保留时间在 6 min~15 min
空气流速	载气:空气=1:10~15 或根据不同的检测器要求调整
气化温度	200 $^{\circ}$ C(不低于最终馏分的沸点)
纸速	人工测定峰面积,纸速不小于 20 mm/min
进样量	1 μ L(在满足分离的前提下,可加大进样量)

8.2 分别取 80 μ L(正癸烷)和 10 μ L 试样注入带塞容量瓶中,用增量法称出正癸烷和试样的质量,称准至 0.2 mg,混合均匀,此液即为试样。

8.3 在表 3 规定的试验条件下,待色谱仪稳定后,注入 1 μL 所配制的(8.2)试样,并记录色谱图。

8.4 测量各杂质和正癸烷的峰面积。用手工测量时,量出峰高和半峰高,峰面积由峰高乘以半峰宽而得。如用数据处理器,则可预先编好分析和计算程序进行自动计算。

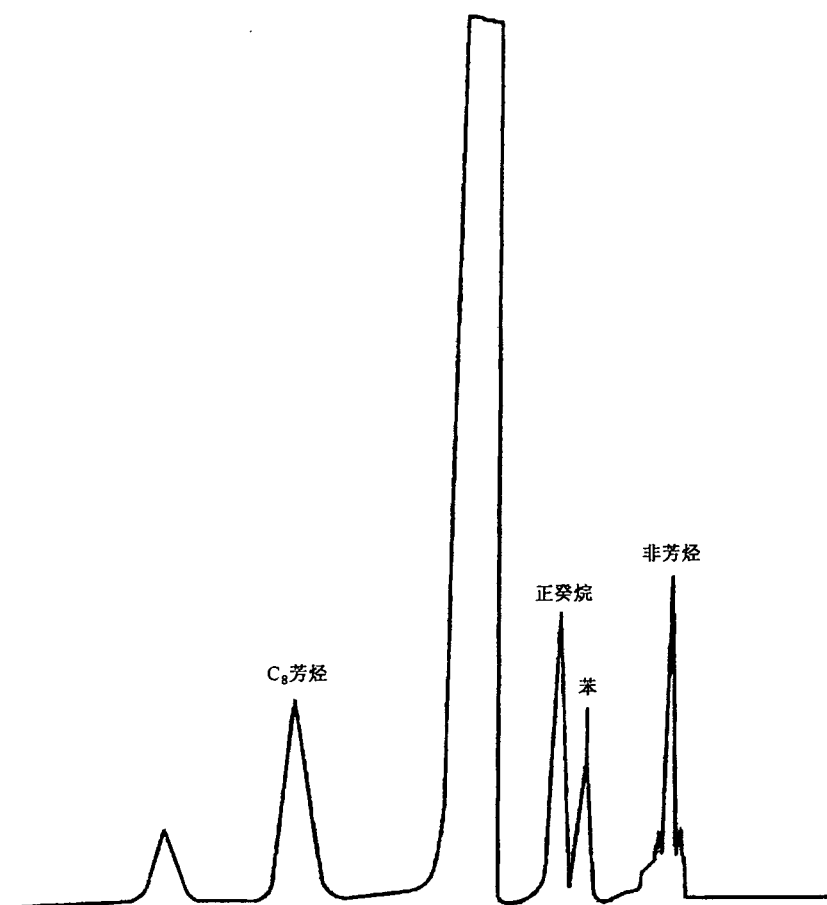


图 1 焦化甲苯中烃类杂质典型色谱图

9 结果计算

用质量分数表示苯、非芳烃和 C_8 芳烃各组的含量,计算公式如式(2):

$$x_i = \frac{100 \times A_i \times m_1 \times F_1}{A_1 \times m_0 \times F_i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

x_i —— i 组分在试样中的质量分数, %;

A_i —— i 组分的峰面积;

A_1 ——正癸烷(内标物)的峰面积;

F_i —— i 组分的相对校正因子;

F_1 ——正癸烷的相对校正因子;

m_0 ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——正癸烷(内标物)的质量,单位为克(g)。

测定结果取两次平行试验结果的算术平均值,报告结果取到 0.01%(质量分数)。

注:所有非芳烃都采用与正癸烷相同的相对校正因子。所以 C_8 芳烃都采用与乙基苯相同的相对校正因子。

10 精密度

10.1 重复性 r

r 不大于算术平均值的 10%。

10.2 再现性 R

R 不大于算术平均值的 20%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
焦化甲苯中烃类杂质的气相
色谱测定方法

GB/T 8038—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 10 千字
2009 年 10 月第一版 2009 年 10 月第一次印刷

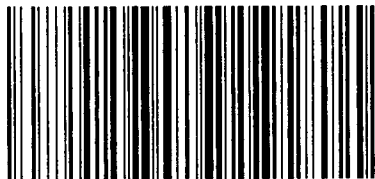
*

书号: 155066 · 1-38848 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)68533533



GB/T 8038—2009