



中华人民共和国国家标准

GB/T 6017—2008
代替 GB/T 6017—1999

工业用丁二烯纯度及烃类杂质的测定 气相色谱法

Butadiene for industrial use—
Determination of purity and hydrocarbon impurities—
Gas chromatographic method

2008-06-19 发布

2009-02-01 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

本标准与 ASTM D2593:1993(2004)《气相色谱法分析丁二烯纯度及烃类杂质的标准试验方法》(英文版)的一致性程度为非等效。

本标准与 ASTM D2593:1993(2004)的主要差异为:

- 色谱柱不同,本标准推荐 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{KCl}$ (PLOT)毛细管柱和癸二腈填充柱;
- 本标准对进样装置包括液体进样阀和汽化装置的技术要求做了明确的规定;
- 本标准只推荐氢火焰离子化检测器(FID);
- 本标准增加了外标法定量的有关内容;
- 规范性引用文件中采用现行国家标准;
- 采用了自行确定的重复性限(r)。

本标准代替 GB/T 6017—1999《工业用丁二烯纯度及烃类杂质的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 6017—1999 相比主要变化如下:

- 增加了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{KCl}$ (PLOT)毛细管柱;保留原标准的填充柱,作为供选择的方法列于附录 A 中;
- 进样方式增加了小量液态样品完全汽化的技术要求;
- 取消了原标准中 7.1.2 关于校正因子测定的注释;
- 重新确定了重复性限(r)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 6017—1999。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本标准主要起草人:李继文、唐琦民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6017—1985、GB/T 6017—1999。

工业用丁二烯纯度及烃类杂质的测定

气相色谱法

1 范围

1.1 本标准规定了用气相色谱法测定工业用丁二烯纯度及烃类杂质:丙烷、丙烯、异丁烷、正丁烷、丙二烯、乙炔、反-2-丁烯、异丁烯、1-丁烯、顺-2-丁烯、异戊烷、正戊烷、1,2-丁二烯、丙炔、1-丁炔和乙烯基乙炔的含量。

本标准适用于工业用丁二烯中烃类杂质含量不小于 0.000 3%(质量分数),以及纯度大于 98%(质量分数)试样的测定。

1.2 本标准并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施,保证符合国家有关法规的规定。

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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,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 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯液态采样法

3 方法提要

3.1 校正面积归一化法:在本标准规定条件下,将适量试样注入色谱仪进行分析。测量每个杂质和主组分的峰面积,以校正面积归一化法计算各组分的质量分数。丁二烯二聚物、羰基化合物、阻聚剂和残留物等杂质用相应的标准方法进行测定,并将所得结果对本标准测定结果进行归一化处理。

3.2 外标法:在本标准规定的条件下,将定量试样和外标物分别注入色谱仪进行分析。测定试样中每个杂质和外标物的峰面积,由试样中杂质峰面积和外标物峰面积的比例计算每个杂质的含量。再用 100.00 减去烃类杂质总量和用其他标准方法测定的丁二烯二聚物、羰基化合物、阻聚剂和残留物等杂质的总量计算丁二烯纯度。测定结果以质量分数表示。

4 试剂与材料

4.1 载气:氮气、氦气或氢气,纯度 $\geq 99.99\%$ (体积分数)。

4.2 标准试剂:如 1.1 所示物质的标准试剂,供测定校正因子和配制外标样用,其纯度应不低于 99%(质量分数)。

5 仪器

5.1 气相色谱仪

配置氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪。该仪器对本标准所规定的最低测定浓度的杂质所产生的峰高应至少大于噪声的两倍。而且,当采用归一化法分析样品时,仪器的动态线性范围必须满足定量要求。

5.2 色谱柱

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1,典型色谱图见图 1。附录 A 的填充柱或能给出同等分离效