



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

## 醇醚基芳烃中含氧化合物的测定 气相色谱法

Determination of oxygenates in alcohols/ethers-based aromatics-Gas chromatographic method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	3
2 规范性引用文件 .....	3
3 术语和定义 .....	3
4 方法提要 .....	3
5 试剂和材料 .....	4
6 仪器与设备 .....	4
7 取样 .....	4
8 测定步骤 .....	4
9 结果表述 .....	5
10 测试精密度 .....	6
11 试验报告 .....	7

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由全国煤化工标准化技术委员会（SAC/TC 469）提出并归口。

本文件起草单位：华电电力科学研究院有限公司、华电煤业集团有限公司、清华大学、国家煤及煤化工产品质量监督检验中心、国家能源集团宁夏煤业有限责任公司、煤液化气化及高效低碳利用全国重点实验室、上海兖矿能源科技研发有限公司、内蒙古久泰馨远新材料有限公司。

本文件主要起草人：黄晓凡、汤效平、王兹尧、张博、蹇伟中、智红梅、辛德旺、陈昂骏、崔宇、王彤、崔超婕、刘晖、李雁如、张翔宇、李盛胜、张东贺、汪剑。

# 醇醚基芳烃中含氧化合物的测定 气相色谱法

## 1 范围

本文件规定了用气相色谱仪测定醇醚基芳烃中的含氧化合物的方法。本文件所测定的组分是：二甲醚（DME）、二乙醚（DEE）、甲基叔丁基醚（MTBE）、乙基叔丁基醚（ETBE）、叔戊基甲基醚（TAME）、二异丙基醚（DIPE）、丙醚、甲醇、乙醇、异丙醇、正丙醇、异丁醇、叔丁醇、仲丁醇、正丁醇、叔戊醇（TAA）、乙醛、丙醛、异丁醛、正丁醛、异戊二醛、丙酮和丁酮。各种含氧化合物的测定范围为0.1ppm（m/m）-1000ppm（m/m）。

本文件适用于以醇醚化合物等为原料生产的芳烃产品中含氧化合物的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4756 石油液体手工取样法

GB/T 4946 气相色谱法术语

GB/T 37176 醇醚基芳烃

## 3 术语和定义

GB/T 4946界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**醇醚基芳烃** alcohols/Ethers-based aromatics

以醇、醚或其混合物为原料生产的芳烃产品

### 3.2

**含氧化合物** oxygenates

含有氧元素的有机化合物，例如各种醇类、醚类、醛类和酮类等，本文件中主要包括：二甲醚（DME）、二乙醚（DEE）、甲基叔丁基醚（MTBE）、乙基叔丁基醚（ETBE）、叔戊基甲基醚（TAME）、二异丙基醚（DIPE）、丙醚、甲醇、乙醇、异丙醇、正丙醇、异丁醇、叔丁醇、仲丁醇、正丁醇、叔戊醇（TAA）、乙醛、丙醛、异丁醛、正丁醛、异戊二醛、丙酮和丁酮。

## 4 方法提要

4.1 以氢气做载气，样品经汽化后一部分经分流失放，另一部分进入预切柱分离。

4.2 轻烃和含氧化合物组分流入预切柱后，进入分析柱分离，此时在预切柱里的重烃通过进样口的分流失放。

4.3 由色谱工作站采集，采用外标法计算每个含氧化合物组分色谱峰面积、响应因子和浓度。

## 5 试剂和材料

### 5.1 材料

5.1.1 高纯氢气；纯度大于99.999%

5.1.2 空气；纯度大于99.999%

5.1.3 高纯氮气；纯度大于99.999%

### 5.2 标样

为了对醇醚基芳烃中含氧化合物进行定性分析和定量分析，需要包括所有分析组分的标样。用于配制标样的试剂应具有已知浓度，并且不含其他被分析组分。

## 6 仪器与设备

### 6.1 气相色谱仪

只要能够分离含氧化合物组分的任何气相色谱仪均可用于此分析。该色谱配有氢火焰离子化检测器（FID），并能够在表1所给的条件工作。

### 6.2 色谱柱

#### 6.2.1 预切柱

此柱为一根非极性或弱极性柱，用于预分离出含氧化合物，含氧化合物和轻烃类组分被反吹到6.2.2中的分析柱上，重烃通过进样口分流出口反吹出去。推荐使用长为20m、内径0.32mm的DB-5色谱柱，或其他能满足本标准精密度要求的色谱柱。

#### 6.2.2 分离柱

含氧化合物在此柱中进行分离，推荐使用长为10m、内径0.53mm的CP-Lowox色谱柱，或其他能满足本标准精密度要求的色谱柱。

## 7 取样

7.1 应按GB/T 4756或其他相当的方法取样。

7.2 自收到样品起，在完成任何子样品的取样前，应将盛装原始样品的容器冷却到0-5°C下保存。

## 8 测定步骤

### 8.1 色谱工作条件

测定醇醚基芳烃中含氧化合物的气相色谱典型工作条件见表1。

表1 典型色谱工作条件

项目	条件
----	----

柱箱温度/°C	60°C保持 5min, 以 10°C/min 升至 96°C, 保持 3min,以 10°C/min 升至 240°C,保持 5min。
进样器温度/°C	250
进样口压力/(kpa)	30
辅助 PCM 压力/( kpa)	4
分流比	5:1
检测器温度/°C	300
反吹时间/min	1.5
进样体积/ul	1.0
总分析时间/min	31
检测下限 (ppm)	1

## 8.2 标样的测定

8.2.1 按照试剂的挥发性，由低到高的次序精确称量和混合的原则配制多组分含氧化合物校正标样。

8.2.2 对于每个含氧化合物，至少配制5种校正标样来覆盖样品中含氧化合物的浓度范围。例如，对全范围浓度进行校正，将使用质量分数为1ppm、5ppm、10ppm、100ppm、500ppm和1000ppm的含氧化合物浓度。

8.2.3 配制标样前，需测定含氧化合物试剂的纯度，并对测定的杂质进行修正。尽可能使用纯度至少为99.9%(m/m)的物质。按 SH/T 0246所测定的水含量，修正组分的纯度。

8.2.4 为了减少轻组分的挥发，需冷却所有用来配制标样的化学试剂和醇醚基芳烃试样。

8.2.5 用进样器采取标样，导入色谱柱，用色谱工作站进行数据处理。重复测定三次，若二次色谱峰面积的相对偏差不大于1%，取三次重复测定数值的平均值作为标准值。

## 8.3 试样的测定

按校正分析所用的相同技术和试样量，将试样导入色谱仪，用色谱工作站进行数据处理。重复测定两次，取两次重复测定数值的平均值作为分析值。

## 9 结果表述

### 9.1 组分的定性

试样中组分的出峰次序见图1。把试样组分的色谱峰与标样相应组分的色谱峰相比，根据保留时间进行组分定性。

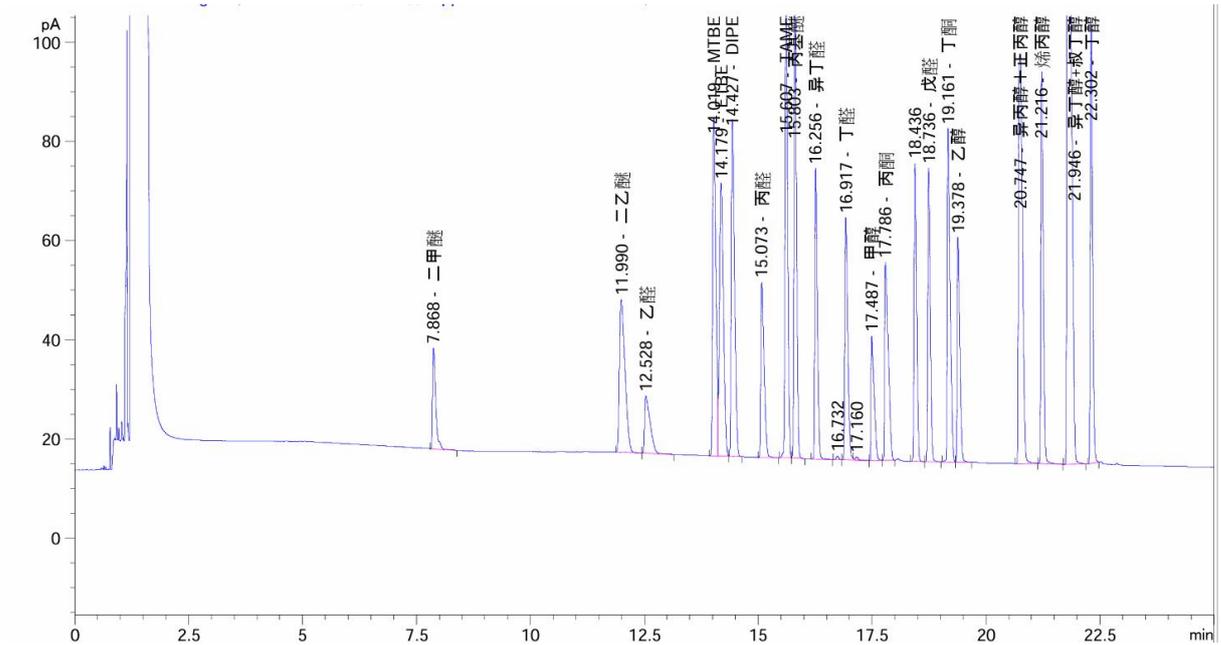


图1 试样谱图

## 9.2 组分的定量

按照式（1）计算试样中个含氧化合物的含量：

$$X_i = \frac{A_i}{A_s} \times C_s \dots\dots\dots (1)$$

- X<sub>i</sub>——试样中的含氧化合物i的含量，%（m/m）；
- A<sub>i</sub>——试样中的含氧化合物i的峰面积；
- A<sub>s</sub>——标准样品种的含氧化合物i的峰面积；
- C<sub>s</sub>——标准样品中的含氧化合物i的含量，%（m/m）。

## 10 测试精密度

### 10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应符合表2的要求，超过重复性限的情况不超过5%。

### 10.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不相同的设备，按相同的测试方法，对同一被测试样相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应符合表2要求，超过再现性限的情况不超过5%。

表 2 精密度

单位：10<sup>-6</sup>g/g

组分含量	组分名称	重复性限	再现性限
0~10	丁醛	0.25	0.50

	异丁醛	0.40	0.70
	戊醛	0.15	0.30
	乙醇	0.30	0.40
	正丁醇+异丁醇+叔丁醇	0.60	0.90
10~100	二乙醚	1.00	1.20
	乙醛	0.80	1.00
	丙醛	0.80	1.00
>100	丙酮	5.00	10.0
	丁酮	5.00	10.0
	正丙醇+异丙醇	4.00	8.00

## 11 试验报告

试验报告至少应包括以下信息：

- a) 试样标识；
- b) 依据标准；
- c) 使用的方法；
- d) 试验结果；
- e) 与标准的任何偏离
- f) 试验中出现的异常现象
- g) 实验日期。