

ICS 71.080.90
G 18
备案号: 59259-2018

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 256—2018

代替 DB 22/T 256-2001

工业对叔丁基苯酚含量的测定 大口径毛细 管柱气相色谱法

Determination of industrial p-tert-butyl-phenol by

wide-bore capillary GC

2018 - 05 - 21 发布

2018 - 06 - 20 实施

吉林省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20001.4-2015给出的规则修订。

本标准代替DB22/T 256-2001《工业对叔丁基苯酚含量的测定方法》。与 DB22/T 256-2001 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为《工业对叔丁基苯酚含量的测定 大口径毛细管柱气相色谱法》；
- 删除规范性引用文件中引用标准年代号（见2001年版的 2）；
- 修改仪器设备中微量进样器规格（见 4.2，2001年版的 4.2）；
- 修改了公式（1）中参数单位（见 7，2001年版的 5.1）；
- 修改了对测定结果精密度的要求（见 8，2001年版的 5.2）

本标准由中华人民共和国吉林出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：吉林出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人：谢萍、杨璐、付瑶、宫世平、李浩、赵文玲。

本标准的历次版本发布情况为：

- DB22/T 256-2001。

工业对叔丁基苯酚含量的测定 大口径毛细管柱气相色谱法

1 范围

本标准规定了工业对叔丁基苯酚含量的大口径毛细管柱气相色谱测定方法。

本标准适用于以苯酚和异丁烯为原料，在阳离子树脂催化剂存在下进行烷基化反应，生成混合叔丁基苯酚中的工业对叔丁基苯酚含量的测定。

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 6678 化工产品采样总则

3 原理

样品经大口径毛细管柱分离，用配有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定，采用归一化法定量。

4 仪器设备

4.1 气相色谱仪，配有氢火焰离子化检测器；

4.2 微量进样器，1 μL 。

5 样品

取样和制样及样品保存按GB/T 6678规定执行。

6 试验步骤

6.1 测定

色谱参考条件如下：

- 色谱柱，PEG-20 M 弹性石英毛细管柱，10 m $\times$ 0.53 mm，1.33 μm 或相当者；
- 色谱柱温度，80 $^{\circ}\text{C}$ $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 100 $^{\circ}\text{C}$ $\xrightarrow{40^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200 $^{\circ}\text{C}$ (5min)；
- 进样口温度，230 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 检测器温度，250 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 载气，氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ ，3 mL/min；
- 氢气，纯度 $\geq 99.99\%$ ，18 mL/min；
- 空气，300 mL/min；
- 进样量，0.2 μL 。

6.2 样品的测定

按色谱参考条件测定（色谱图见附录 A）。待仪器稳定后，用清洁干燥的微量进样器(4.2)吸取样品 0.2 μL，迅速注入气相色谱仪(4.1)汽化室中。待各组分出峰完毕，由色谱工作站读出峰面积，采用归一化法定量。

7 试验数据处理

按公式（1）计算样品中各组分含量：

$$X_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——组分 i 的质量百分数，%；

A_i ——组分 i 的峰面积（本标准以测定对工业叔丁基苯酚的含量为主）；

$\sum A_i$ ——各组分的总峰面积。

计算结果表示至 2 位小数。

8 精密度

以两次平行测定的平均值为测定结果，工业对叔丁基苯酚组分含量的相对偏差不大于0.20%。

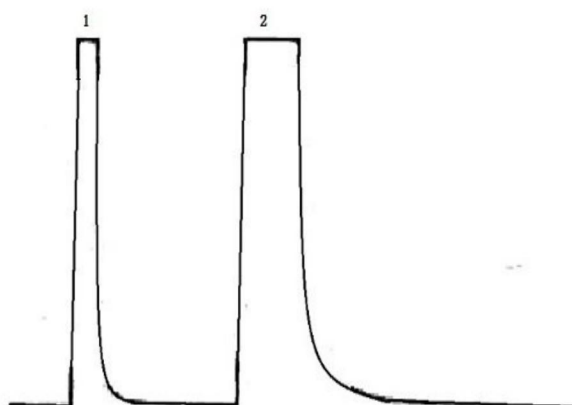
9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- c) 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- d) 结果；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
工业对叔丁基苯酚色谱图

工业对叔丁基苯酚色谱图见图 A.1。



图A.1 工业对叔丁基苯酚色谱图

图中:1. 乙醇; 2. 对叔丁基苯酚