

ICS 71.080.60
G 17
备案号: 59255-2018

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 250—2018

代替 DB 22/T 250-2001

工业正丁醇含量的测定 大口径毛细管柱气 相色谱法

Determination of industrial n-Butanol 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 250-2001《工业正丁醇含量的测定方法》。与 DB22/T 250-2001相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为《工业正丁醇含量的测定 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 2，2001年版的 2）；
- 删除规范性引用文件中GB/T 260-1977（见2001年版的 2）；
- 增加了规范性引用文件中GB/T 6283（见 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：杨璐、谢萍、齐进、王思齐、张丽娜、王跃佳。

本标准的历次版本发布情况为：

- DB22/T 250-2001。

工业正丁醇含量的测定 大口径毛细管柱气相色谱法

1 范围

本标准规定了工业正丁醇含量的大口径毛细管柱气相色谱测定方法。
本标准适用于发酵法制得的工业正丁醇含量的测定。

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 6027 工业正丁醇

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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 μ L。

5 样品

取样、采样单元数和样品保存按GB/T 6680和GB/T 6027规定执行。

6 分析步骤

6.1 水分含量测定

工业正丁醇中水分含量测定按GB/T 6283规定执行。

6.2 测定

6.2.1 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

a) 色谱柱，PEG-20 M 弹性石英毛细管柱，10 m $\times$ 0.53 mm，1.33 μ m 或相当者；

b) 色谱柱温度，80 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 120 $^{\circ}$ C；

c) 汽化室温度，230 $^{\circ}$ C；

d) 检测器温度，250 $^{\circ}$ C；

- e) 载气, 氮气, 纯度 $\geq 99.99\%$, 5 mL/min;
- f) 氢气, 纯度 $\geq 99.99\%$, 18 mL/min;
- g) 空气, 300 mL/min;
- h) 进样量, 0.2 μL 。

6.2.2 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:

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

式中:

X_i ——组分 i 的质量百分数, %;

A_i ——组分 i 的峰面积(本标准以测定工业正丁醇的含量为主);

$\sum A_i$ ——各组分的总峰面积;

W ——样品中水分质量百分数(按 6.1 规定方法测定), %。

计算结果精确到小数点后 2 位。

8 精密度

以两次平行测定的平均值为测定结果, 工业正丁醇组分含量的相对偏差不大于 0.20%。

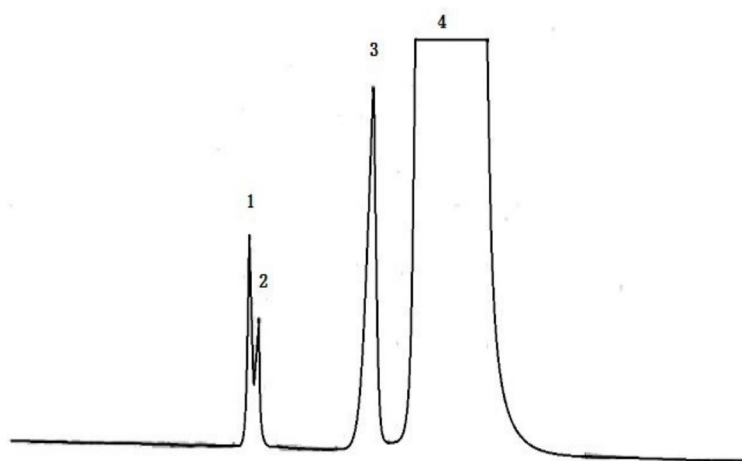
9 试验报告

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)
工业正丁醇色谱图

工业正丁醇色谱图见 A.1。



图A.1 工业正丁醇色谱图

图中：1. 甲醇；2. 乙醇；3. 异丁醇；4. 正丁醇