ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56344— 2015

БУТАДИЕН

Определение чистоты и содержания углеводородных примесей методом газовой хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 февраля 2015 г. № 71-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 2593−09«Стандартный метод испытаний для определения чистоты бутадиена и углеводородных примесей с помощью газовой хроматографии» (ASTM D 2593−09 «Standard test method for butadiene purity and hydrocarbon impurities by gas chromatography»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5–2012 (пункт 3.5)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БУТАДИЕН

Определение чистоты и содержания углеводородных примесей Методом газовой хроматографии

Butadiene. Determination of purity and content of hydrocarbon impurities by gas chromatography method

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения чистоты бутадиена-1,3 и содержания в бутадиене для полимеризации таких примесей, как пропан, пропилен, изобутан, *н*-бутан, бутен-1, изобутилен, пропадиен, *транс*-бутен-2, *цис*-бутен-2, бутадиен-1,2, пентадиен-1,4, и метил-, диметил-, этил-, и винилацетилена методом газовой хроматографии. Содержание примесей, включая димер бутадиена, карбонилы, ингибитор и остаток, определяют соответствующими методами АСТМ,и результаты используют для нормализации распределения компонентов, полученного с использованием хроматографии.

Примечание 1 –Следует определять и анализировать другие примеси, присутствующие в товарном бутадиене.При разработке настоящего метода другие примеси не определяли.

Примечание 2 –Для контроля чистоты пентадиена-1,4 и других соединений, содержащих C_5, взамен АСТМ Д1088можно использовать настоящий метод.

1.2 Значения в единицах системы СИ рассматривают как стандартные. Другие единицы измерения в настоящий стандарт не включены.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Подробное описание опасного воздействия приведено в6.1 и 9.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарт ASTM

АСТМ Д 1088 Метод определения интервала температур кипения бутадиена для полимеризации(ASTM D 1088, Method of test for boiling point range of polymerization-grade butadiene*.

2.2 Стандарт IP

IP 194 Анализбутадиена-1,3 для полимеризации(IP 194,Analysis of butadiene-1,3 polymerization-grade)**.

3 Сущность метода

3.1 Представительный образец вводят в колонку для газожидкостной хроматографии. Бутадиен и другие компоненты разделяются при прохождении через колонку с помощью инертного газа-носителя. Их присутствие в элюенте регистрируется детектором и записывается на хроматограмме. Хроматограмму образца рассчитывают с использованием ослабления сигнала компонента и коэффициента чувствительности детектора, площади или высоты пиков. Относительную концентрацию индивидуального компонента определяют по отношению пика отклика к сумме пиков откликов. Содержание примесей, включая димер бутадиена, карбонилы, ингибитор и остатки, определяют с использова-

*Отменен.
** Отменен.

Издание официальное

нием соответствующих методов АСТМ, и результаты используют для нормализации распределения, полученного с помощью газовой хроматографии.

4 Назначение и применение

4.1 На область использования бутадиена могут влиять примеси выше перечисленных углеводородных соединений. Настоящий метод можно использовать для контроля качества бутадиена и при разработке спецификаций на продукцию.

5 Аппаратура

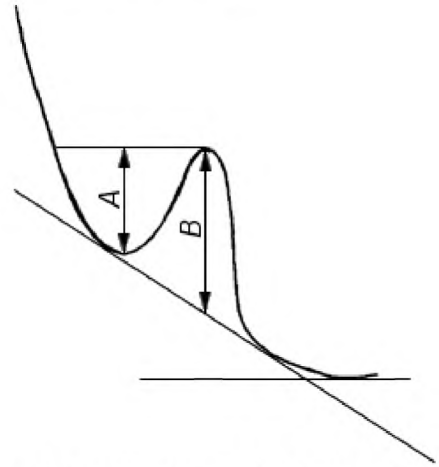
5.1 Хроматограф

Можно использовать любой хроматограф с детектором по теплопроводности или пламенно-ионизационным детектором при условии, что система имеет достаточную чувствительность и стабильность для регистрации отклонения не менее 2 мм при соотношении сигнал/шум не менее 5:1 для содержания примеси 0,01% масс.

5.2 Колонка

Можно использовать любую колонку, обеспечивающую разделение компонентов, перечисленных в 1.1, за исключением бутена-1 и изобутилена, которые могут элюировать вместе. Компоненты должны разделяться на отдельные пики таким образом, чтобы соотношение *A*/*B* было не менее 0,5 (где *A*−глубина впадины по обе стороны от пика В и *B*− высота над базовой линией меньшей из двух смежных вершин). Когда небольшой пик компонента примыкает к большому пику, может потребоваться построение базовой линии, как показано на рисунке 1.

5.2.1 Описание колонок, используемых для настоящего метода испытаний, приведено в приложении Х1. При использовании колонок других типов следует убедиться, что прецизионность получаемых результатов соответствует требованиям раздела 11.



A−глубина впадины по обе стороны от пика В;*B*− высота над базовой линией меньшей из двух смежных вершин

Рисунок 1 – Пример построения базовой линии

5.3 Система ввода пробы

Должно быть предусмотрено устройство для ввода в колонку измеренного количества представительной пробы. Для ввода небольшого количества жидкости в газ-носитель можно использовать устройство противодавления. Пробу испаренной жидкости можно ввести с использованием крана-дозатора для введения проб в газообразном состоянии.

5.4 Регистратор

Хроматограмму получают с помощью записывающего потенциометра с полным отклонением не более 10 мВ, временем отклика не более 2 с и чувствительностью, соответствующей требованиям 5.1.

Примечание 3 — Можно использовать другие методы регистрации выходного сигнала детектора, например компьютерные системы, при условии, что прецизионность получаемых результатов соответствует разделу 11.

6 Реактивы и материалы

6.1 Газ-носитель

Используют газ-носитель, соответствующий типу детектора. С детекторами по теплопроводности используют гелий или водород. С ионизационными детекторами используют азот, гелий или аргон. Чистота газа носителя должна быть не менее 99,95% мол. (**Предостережение**– Сжатый газ. Опасное давление). (**Предостережение**– Водород воспламеняющийся газ. Опасное давление).

6.1.1 При использовании водорода должны быть приняты специальные меры предосторожности, обеспечивающие отсутствие утечек в системе и удаление выходящего потока.

6.2 Колонка

6.2.1 Жидкая фаза

В таблице Х1.1 приложения Х1 приведены материалы, которые используют в качестве жидкой фазы.

6.2.2 Твердый носитель

В качестве носителя в насадочной колонке используют, как правило, дробленый кремнезем или диатомит. Размер частиц зависит от диаметра используемой колонки и загрузки жидкой фазой и должен обеспечивать оптимальное разрешение и время анализа. Диапазоны оптимального размера частиц нельзя определить, исходя только из теоретических соображений. Для некоторых систем было установлено, что отношение диаметра средней частицы носителя к внутреннему диаметру колонки 1:25 обеспечивает минимальное время удерживания и минимальную ширину пиков.

6.2.3 Материал трубки колонки

Для изготовления трубки колонки можно использовать медь, нержавеющую сталь, монель, алюминий и разные пластиковые материалы. Материал должен быть инертным по отношению к твердому носителю, пробе и газу-носителю и внутренний диаметр трубки колонки должен быть постоянным.

6.3 Углеводороды для калибровки и идентификации

Для идентификации по времени удерживания и калибровки при количественных измерениях следует использовать стандарты углеводородов для всех присутствующих компонентов.

Примечание 4 –При четкой идентификации присутствующих соединений и их концентрации можно использовать смеси углеводородов.

7 Подготовка аппаратуры

7.1 Подготовка колонки

Если готовая колонка обеспечивает необходимое разделение, используют любой способ подготовки колонки. Заполнить колонку не трудно, если определены твердый носитель, разделяющая жидкость, и уровень заполнения. Для подготовки колонок с приемлемыми характеристиками были установлены следующие общие требования.

7.1.1 Взвешивают необходимую массу твердого носителя, обычно в два раза больше требуемой для заполнения колонки.

7.1.2 Вычисляют и взвешивают необходимую массу разделяющего вещества. Растворяют разделяющее вещество в химически инертном низкокипящем растворителе, объем которого приблизительно в два раза больше объема твердого носителя.

7.1.3 Аккуратно при перемешивании постепенно добавляют к раствору твердый носитель.

7.1.4 Затем перемешивают полученную смесь до полного испарения растворителя.

7.1.4.1 Некоторые неподвижные фазы, такие как смесь бензилцианидаснитратом серебра, окисляются на воздухе и должны быть защищены от воздействия воздуха при испарении растворителя.

7.1.5 Распределяют твердый носитель с нанесенной неподвижной фазой (далее – сорбент) тонким слоем на неабсорбирующей воздушно сухой или высушенной поверхности для удаления растворителя.

7.1.6 Просеивают сорбент для удаления мелких частиц и агломератов, полученных при нанесении неподвижной фазы.

7.1.7 Заполняют колонку сорбентом, закрыв один конец колонки тампоном из стекловаты (стекловолокна) и засыпая наполнитель в другой конец колонки через маленькую воронку. Во время заполнения непрерывно вибрируют колонку по всей длине. После прекращения поступления сорбента в колонку осторожно, не прерывая вибрации, постукивают по колонке на полу или на стенде. При необходимости добавляют сорбент до тех пор, пока в течение 2 минсорбент не перестанет поступать в колонку. Удаляют небольшое количество сорбента из открытого конца колонки, закрывают его тампоном из стекловаты и оформляют колонку для установки в хроматограф.

7.2 Хроматограф

Монтируют колонку в хроматограф и устанавливают рабочие условия, обеспечивающие необходимое разделение (см. приложение Х1). Кондиционируют хроматограф до достижения равновесия, о чем свидетельствует стабильность базовой линии. Регулируют температуру термостата с точностью до 0,5 °С без циклатермостатирования, которое вызывает не стабильность базовой линии. Пленочным расходомером устанавливают постоянный расход газа-носителя с точностью 1 мл/мин от выбранного значения.

8 Калибровка

8.1 Определение

Выбирают режим температуры колонки и поток газа-носителя, обеспечивающие необходимоеразделение. Определяют время удерживания для каждого соединения введением небольшого количества индивидуального соединения или в смеси. Рекомендуемый объем образца для обеспечения данных по времени удерживания – 1 мкл для жидкостей и не более 1 $см^3$ – для газов.

8.2 Стандартизация

Площадь пика на хроматограмме считают количественной мерой соответствующего соединения. Относительная площадь пика пропорциональна концентрации при равном отклике детектора на компоненты образца. Для количественной калибровки используют следующую процедуру: в хроматограф в равновесных рабочих условиях вводят постоянный объем образцов компонентов высокой чистоты. Каждое соединение вводят не менее трех раз. Площади соответствующих пиков должны совпадать с точностью до 1%. При использовании записывающего устройства регулируют масштаб для сохранения высоты пика не менее 50% от полной шкалы. Измеряют площади пиков любым надежным способом (см. примечание 7). Массовую долю компонента вычисляют по площади пика отклика введенного объема, учитывая плотность и чистоту соединений, используемых для калибровки. Среднеарифметическое значение площади пика каждого компонента делят на плотность, умноженную на массовую долю чистоты компонента следующим образом

$$\text{Массовая доля компонента} = \frac{\text{среднеарифметическое значение площади пика компонента}}{\text{плотность} \times \text{массовая доля чистоты компонента}}. \quad (1)$$

Массовую долю компонента определяют с использованием поправочного коэффициента чувствительности детектора, который получают с помощью опорного компонента, например бутадиена, делением отклика массовой доли индивидуального компонента на массовый коэффициент чувствительности.

8.2.1 На детекторе по теплопроводности с использованием гелия в качестве газа-носителя получены массовые коэффициенты чувствительности, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Массовые коэффициенты чувствительности

Наименование компонента	Молекулярная масса	Теплопроводность	Массовый коэффициент	Массовый коэффициент чувствительности (относительно бутадиена-1,3
Бутадиен-1,3	54	80	0,68	1,00
Пропан	44	65	0,68	1,00
Пропилен	42	63	0,67	0,98
Изобутан	58	82	0,71	1,04
н-Бутан	56	85	0,68	1,00
Бутен-1	56	81	0,69	1,01
Изобутилен	56	82	0,68	1,00
транс-Бутен-2	56	85	0,66	0,97
цис-Бутен-2	56	87	0,64	0,94
Пропадиен	40	53	0,75	1,10
Метилацетилен	40	58	0,69	1,01

Примечание 5 –Данные по теплопроводности приведены в [1] и [2].

8.2.1.1 В настоящем методе, несмотря на то, что это не установлено стандартами, для получения прецизионности, приведенной в разделе 11, для пентадиена-1,4, бутадиена-1,2, диметилацетилена, этил- и винилацетилена использовали значение массового коэффициента чувствительности 1,00(сравнивали с коэффициентом чувствительности для бутадиена-1,3,равным 1,00). При использовании детектора по теплопроводности и гелия в качестве газа-носителя вместо калибровки можно использовать вышеприведенные коэффициенты чувствительности. При использовании детектора другого типа и/или другого газа-носителя необходима калибровка (см. примечание 5).

8.2.2 Для вычислений вместо площади пиков можно использовать высоту пиков. При использовании высоты пика следует обеспечить соблюдение эксплуатационных параметров хроматографа (температура колонки и скорость потока газа-носителя), при которых было откалибровано устройство. Хроматограф можно откалибровать с использованием известных смесей или установление относительных коэффициентов чувствительности по высоте пиков способом, приведенным выше.

Примечание 6 –При использовании водородного пламенного детектора для углеводородов получают практически равные относительные коэффициенты чувствительности детектора. Чувствительность пламенного детектора для углеводородов одинаковой массы практически не зависит от структуры углеводородов. Чувствительность является функцией содержания углерода в молекуле и отклик детектора на углеводороды дает практически равную относительную чувствительность.

8.2.3 Линейный диапазон чувствительности детектора или сигнала выходного усилителя в зависимости от концентрации компонента определяют серией введений постоянного объема чистого бутадиена при понижении давления от давления окружающей среды до 20 мм рт. ст. или введением синтетических стандартов при понижении давления от давления окружающей среды с использованием дозатора для газообразных проб или дозатора для жидких проб. Калибровку считают удовлетворительной при получении линейного графика чувствительности. В противном случае должен быть определен линейный диапазон относительной чувствительности детектора к следовым количествам компонентов.

9 Проведение испытаний

9.1 Соединяют пробоотборник с устройством крана-дозатора прибора таким образом, чтобы получить образец в виде жидкой фазы. При вводе образца из пробоотборника дозатором для жидких проб давление, создаваемое подходящим газом, например гелием, должно быть достаточным для предотвращения испарения образца в линии крана дозатора или в самом кране дозаторе.

При использовании дозатора для газообразных проб необходимо обеспечить полное испарение жидкой пробы и скорость потока образца через пробоотборную петлю от 5 до 10 мл/мин, пропуская при этом объем пара, превышающий не менее чем в десять раз объем вводимого образца, для промывания петли дозатора. При использовании вакуумной системы ввода образца с дозатором для газообразных проб пробоотборную петлю перед введением образца не менее двух раз заполняют образцом и полностью его испаряют.

9.2 Вводят достаточное количество образца для обеспечения отклонения регистратора не менее чем на 10% для концентрации примесей 0,1% в наиболее чувствительном режиме работы прибора (для микропримесей, таких как ацетилены, необходима более высокая чувствительность).

9.3 Применяя условия, использованные при калибровке, регистрируют пики всех соединений при усилении или настройке чувствительности, обеспечивающей максимальную высоту пиков. (**Предостережение**–Бутадиен –воспламеняющийся газ под давлением).

10 Вычисления

Для получения площади или высоты пика при одинаковой чувствительности детектора измеряют площадь или высоту всех пиков (см. примечание 7) и умножают ее на соответствующий коэффициент ослабления. При вычислении площадей или высоты пиков для коррекции различий в отклике на компоненты применяют соответствующие калибровочные коэффициенты. Площадь пика вычисляют по отношению скорректированной площади отдельного компонента к общей скорректированной площади всех пиков. При использовании высоты пика умножают высоту пиков, калибровочные коэффициенты и коэффициент поглощение для каждого компонента и нормализуют полученные результаты для вычисления процентного содержания. Вводят поправки на концентрацию для димера, карбонила, остатка ингибитора (и ацетилена, если содержание определяют, не используя хроматографию), установленные отдельными процедурами АСТМ. Содержание компонента в массовых процентах вычисляют по формуле

$$\frac{\text{Скорректированный отклик пика}}{\text{Сумма скорректированных откликов пиков}} \cdot 100 - \text{сумма димера, карбонила, остатка ингибитора (и ацетилена, если содержание определяют, не используя хроматографию)} \quad (2)$$

Примечание 7 – Площадь пика можно определить любым способом, прецизионность которого соответствует требованиям раздела 11. Можно использовать методы планиметрирования, интегрирования (электронная, механическая, или компьютерная обработка) и триангуляции (умножение высоты пика на его ширину на половине высоты).

11 Прецизионность и смещение*

11.1 Прецизионность настоящего метода была установлена в результате статистической обработки результатов межлабораторных исследований.

11.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении испытаний, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 – Повторяемость метода

Наименование компонента	Содержание, % масс.	Повторяемость, % масс.
Бутадиен-1,3	99,0	0,079
Пропан	0,02	0,005
Пропадиен	0,11	0,013
Пропилен	0,11	0,017
Изобутан	0,07	0,010
н-Бутан	0,06	0,008
Бутен-1 и изобутилен	0,23	0,011
транс-Бутен-2	0,09	0,008
цис-Бутен-2	0,13	0,016
Бутадиен-1,2	0,08	0,016
Пентадиен-1,4	0,12	0,013
Диметилацетилен	0,05	0,011
Сумма метил-, этил-и винилацетилена	0,034	0,004

11.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух единичных и независимых результатов, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении испытаний, может превышать значения, приведенные в таблице 3, только в одном случае из двадцати.

11.2 Смещение

Смещение не установлено, т. к.отсутствует стандартный материал, пригодный для определения смещения.

Таблица 3 – Воспроизводимость

Наименование компонента	Содержание, % масс.	Воспроизводимость, % масс.
Бутадиен-1	99,0	0,28
Пропан	0,02	0,013
Пропадиен	0,11	0,087
Пропилен	0,11	0,092
Изобутан	0,07	0,027
н-Бутан	0,06	0,025
Бутен-1 и изобутилен	0,23	0,240
транс-Бутен-2	0,09	0,036
цис-Бутен-2	0,13	0,046
Бутадиен-1,2	0,08	0,052
Пентадиен-1,4	0,12	0,070
Диметилацетилен	0,05	0,054
Сумма метил-, этил- и винилацетилена	0,034	0,014

*Данные можно получить в ASTM International при запросе отчета RR: D02-1004.

Приложение Х1
(справочное)

Требования к колонками условия проведения испытаний

Х1.1 Требования к колонкам и условия проведения испытаний приведены в таблице Х1.1. Допускается использовать другие колонки и проводить испытания при других условиях, если при этом не снижается прецизионность метода испытаний.

Таблица Х1.1 – Условия хроматографирования

Характеристика	Требование к колонке												
	Тип 1	Тип 2	Тип 3	Тип 4	Тип 5			Тип 6		Тип 7			Тип 8
Неподвижная фаза	Бис(2-метоксиэтокси) этиловый эфир + диизодецилфталат[A)]	Ди-*н*-бутилмалеат	Бис(2-метоксиэтокси) этиловый эфир, диизодецилфталат[A)]	1 – Сульфолан[B)]. 2 – Дидецилфталат	1 – Бис (2-метоксиэтил адипат[D)]. 2 – 1,3-Трис(2-цианэтокси)-пропан	UCON LB-550X[E)]	β, β- Оксидипропионитрил	Трибутилфосфат		β, β- Оксидипропионитрил	1 – Сквалан[F),G)]. 2 – Диметилсульфолан		Пропиленкарбонат
Масса, %	25	15	25	30	15	20	20	15	–	15	1 – 15 2 – 20	1 – 20 2 – 20	30
Твердый носитель	Хромосорб Р[C)]	Хромосорб Р[C)]	Хромосорб Р[C)]	Хромосорб Р[C)]	Хромосорб Р[C)]			Хромосорб Р[C)]		Хромосорб Р[C)]	Огнеупорный кирпич С–22		Огнеупорный кирпич
Размер, меш	60 – 80	30 – 60	60 – 80	60 – 80	60 – 80			30 – 60		40 – 60	60 – 80		BS 60 – 85 (188 – 251 мкм)
Обработка	Не обрабатывают	Не обрабатывают	Не обрабатывают	Не обрабатывают	Не обрабатывают			Не обрабатывают		Не обрабатывают			Промывают кислотой и водой, затем сушат
Длина, м	6,1	6,1	6,1	1 – 6,4 2 – 1,07	1 – 7,3 2 – 1,8	7,6	7,6	18,3	13,7	6,1	1 – 1,7 2 – 7,0	1 – 1,5 2 – 4,6	4,9
Диаметр, мм	4,8	4,8	4,8	3,2	6,4	6,4	6,4	3,2	4,8	3,2	6,4	4,8	4,8
Температура, °С	26,0	27,0	26,0	25,0	65	68,0	25,0	25,0		25,0			30,0±0,5
Газ-носитель	Гелий	Гелий	Гелий	Гелий	Гелий			Гелий		Гелий			Гелий или водород

Продолжение таблицы X1.1

Характеристика	Требование к колонке												
	Тип 1	Тип 2	Тип 3	Тип 4	Тип 5			Тип 6		Тип 7			Тип 8
Скорость потока, $см^3$/мин	60,0	60,0	60,0	12,5	140,0	110,0	115,0	60,0		45,0	84,0	36,0	55,0 – 65,0
Тип детектора	По теплопроводности	По теплопроводности	Водородный пламенный	По теплопроводности	По теплопроводности		Пламенный	Пламенный	По теплопроводности	Пламенный	По теплопроводности	По теплопроводности	По теплопроводности
Напряжение или сила тока, В или мА	7,5 В			8 В	200 мА	200 мА	300 мА	–	125 мА		310 мА	300 мА	–
Самописец, диапазон, мВ	0 – 5	0 – 1	0 –1	0 – 1	0 – 1			0 – 1		0 – 1	0 – 1	0 – 1	0 – 10
Скорость, мм/мин	25,4		12,7	25,4	12,7			25,4		25,4	25,4	12,7	12,5
Дозатор	Для газообразных проб	Для газообразных проб	Для жидких проб	Для жидких проб	Для жидких проб			Для газообразных проб		Для газообразных проб	Для жидких проб	Для газообразных проб	Для газообразных проб
Объем пробы	1 $см^3$ (для вакуумной системы ввода)	1 $см^3$	1,54 мкл	0,47 мкл	5 мкл			1,5 $см^3$		3 $см^3$	3 мкл	8 $см^3$ (для вакуумной системы ввода)	До 2 мл
Отношение деления потока	Отсутствует	Отсутствует	Отсутствует	Отсутствует	Отсутствует			Отсутствует		Отсутствует		Отсутствует	

Продолжение таблицы Х1.1

Характеристика	Требование к колонке												
	Тип 1	Тип 2	Тип 3	Тип 4	Тип 5			Тип 6		Тип 7			Тип 8
Измерение пиков:													
площадь или высота	Площадь	Высота	Площадь	Площадь	Площадь	Площадь	Площадь	Площадь		Площадь	Площадь	Площадь	Высота пика × время удерживания
метод измерения площади	Триангуляционный		Триангуляционный	Планиметрический	Диск интегратор	Диск интегратор	Триангуляционный	Триангуляционный		Триангуляционный		Триангуляционный	Планиметрический
Время удерживания, мин													
пропана	3,3	3,4	3,6	4,7	5,3	5,2	4,5	8,9	–	–	3,8	–	2,24
пропилена	4,0	3,7	4,3	5,1	6,1	5,5	5,2	9,7	–	–	4,2	–	2,64
изобутана	5,0	4,6	5,7	5,1	7,5	6,6	4,9	13,9	–	–	4,6	–	2,64
н-бутана	6,8	5,5	6,8	5,7	7,7	8,0	5,2	18,6	–	–	5,7	–	3,04
бутена-1	8,4	6,2	8,8	6,5	9,3	8,4	6,7	20,5	–	–	6,2	–	3,92
изобутилена	8,4	6,2	8,8	6,5	9,5	8,4	6,9	20,5	–	–	6,2	–	4,16
пропадиена	7,8	5,1	7,9	7,2	9,5	7,4	8,	16,0	–	–		–	
транс-бутена-2	10,2	7,2	11,9	7,2	10,5	9,3	7,4	24,8	–	–	7,2	–	4,48
цис-бутена-2	11,7		13,7	7,7	11,5	9,6	8,2		14,8	–	7,9	–	4,96
бутадиена-1,3	13,4	7,8	15,6	9,3	13,0	9,6	10,9	30,0	–	–	9,1	–	6,24
бутадиена-1,2	21,3	11,5	25,0	12,1	17,6	13,8	13,5	43,5	–	–	12,6	–	8,40
метилаце-тилена	12,7	6,2	14,8	–	11,5	8,0	14,1	22,3	–	–	–	9,0	
этилацети-лена	27,7	12,3	32,4	17,3	21,3	13,4	20,8	–	–	7,0	–	17,0	13,44
винилацетилена	42,0	14,8	49,1	24,6	27,7	18,5	28,3	–	–	9,5	–	24,0	17,92
диметил-ацетилена	45,7	22,0	53,7	29,2	33,1	21,2	36,8	–	–	12,8	28,4	–	18,96

Окончание таблицы X1.1

Характеристика	Требование к колонке												
	Тип 1	Тип 2	Тип 3	Тип 4	Тип 5			Тип 6		Тип 7			Тип 8
пентадиена-1,4	26,0	18,4	30,7	13,6	19,8	15,8	14,1	56,6	–	–	14,8	–	10,08

[A] Колонка со смешанной неподвижной фазой, содержащей 18,5 частей 25 % масс. диизодецилфталата и 81,5 часть 25 % масс. бис-2-метокси-этокси этилового эфира.

[B] Составная колонка – 6,4 м с сульфоланом+ 1,1 м с дидецилфталатом.

[C] «Хромосорб» является торговой маркой компании Johns-Manville Products Corp.

[D] Составная колонка – 7,3 м с адипатом + 1,8 м с трис-цианоэтокси пропаном.

[E] «UCON» является торговой маркой компании Union Carbide Corp.

[F] Составная колонка – 1,7 м со скваланом + 7,0 м с диметилсульфоланом.

[G] Требования к колонке и метод хроматографирования – по IP 194.

Библиография

[1] Messner, A. E., Rosie, D. M., and Argabright, P. A., Analytical Chemistry, Vol 31, 1959, pp. 230–233
[2] Dietz, W. A., Journal of Gas Chromatography, Vol 5, No. 2, 1967, pp. 68–71

УДК 547.315.2:543.612.3:543.544.32:006.354 ОКС 71.080 ОКСТУ 2409

Ключевые слова: бутадиен, определение чистоты, определение углеводородных примесей, метод газовой хроматографии

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1111.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru