

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1628.7—202X

工业用乙酸乙烯酯  
第7部分：痕量苯系物的测定  
气相色谱-质谱法

Vinyl acetate for industrial use -

Part 7: Determination of trace benzene series -

Gas chromatography - mass spectrometry method

(报批稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

## 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。

本文件是 SH/T 1628《工业用乙酸乙烯酯》的第 7 部分。

SH/T 1628《工业用乙酸乙烯酯》已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：规格；
- 第 2 部分：纯度及有机杂质的测定 气相色谱法；
- 第 3 部分：活性度的测定 发泡法；
- 第 4 部分：酸度的测定 滴定法；
- 第 5 部分：醛含量的测定 容量法；
- 第 6 部分：对苯二酚的测定；
- 第 7 部分：痕量苯系物的测定 气相色谱-质谱法。

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。

本文件由中国石油化工集团有限公司提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会（SAC/TC63/SC4）归口。

本文件起草单位：中国石化上海石油化工股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司、中国石化集团重庆川维化工有限公司、中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本文件主要起草人：唐建光、何灵燕、周华强、高艳想、王晖、李诚炜、夏银辉、王强、罗莉、宋冰清、屠晨欢、马建业、潜森芝。

# 工业用乙酸乙烯酯 第 7 部分：痕量苯系物的测定

## 气相色谱-质谱法

警告：本方法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和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

### 1 范围

本文件规定了用气相色谱-质谱法测定工业用乙酸乙烯酯中痕量苯系物含量的要求。

本文件适用于工业用乙酸乙烯酯中痕量苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯等苯系物的测定，各苯系物最低检测含量为0.010 mg/kg。

### 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 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法提要

在规定的条件下，将适量试样注入气相色谱-质谱仪进行分析。根据特征离子对各苯系物组分进行定性，采用标准曲线法定量。

### 5 试剂或材料

#### 5.1 载气

氮气：纯度不低于 99.999% (体积分数)，经硅胶及 5A 分子筛干燥和净化。

#### 5.2 乙酸乙烯酯基液

用作配制标准溶液，纯度应不低于 99.9% (质量分数)，各苯系物含量应不大于 0.01 mg/kg，否则应在计算时予以扣除。

#### 5.3 苯系物混合标准溶液

含苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯的市售有证标样或自配标样，溶剂为甲醇。各组分浓度为 100 mg/L 或其他适宜的浓度。

#### 5.4 苯系物标准工作溶液

准确移取 1 mL 苯系物混合标准溶液 (5.3)，置于合适的具塞玻璃容器中，在该容器中加入乙酸乙烯酯基液 (5.2) 至 100 g，准确称量至 0.0001 g。此标准工作溶液的含量约为 1 mg/kg，其准确含量按式(1)计算。

$$w_s = \frac{w_0 \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$w_s$ ——标准工作溶液中各苯系物的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$w_0$ ——苯系物混合标准溶液中各苯系物的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$V$ ——移取的苯系物混合标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

$m$ ——标准工作溶液的质量，单位为克(g)。

## 6 仪器设备

### 6.1 气相色谱-质谱联用仪

具有全扫描和选择离子检测(SIM)数据采集模式，并能按表 1 条件操作的任何气相色谱-质谱联用仪，该仪器对本文件所规定的最低检测含量的杂质所产生的峰高应至少大于噪声的 10 倍。

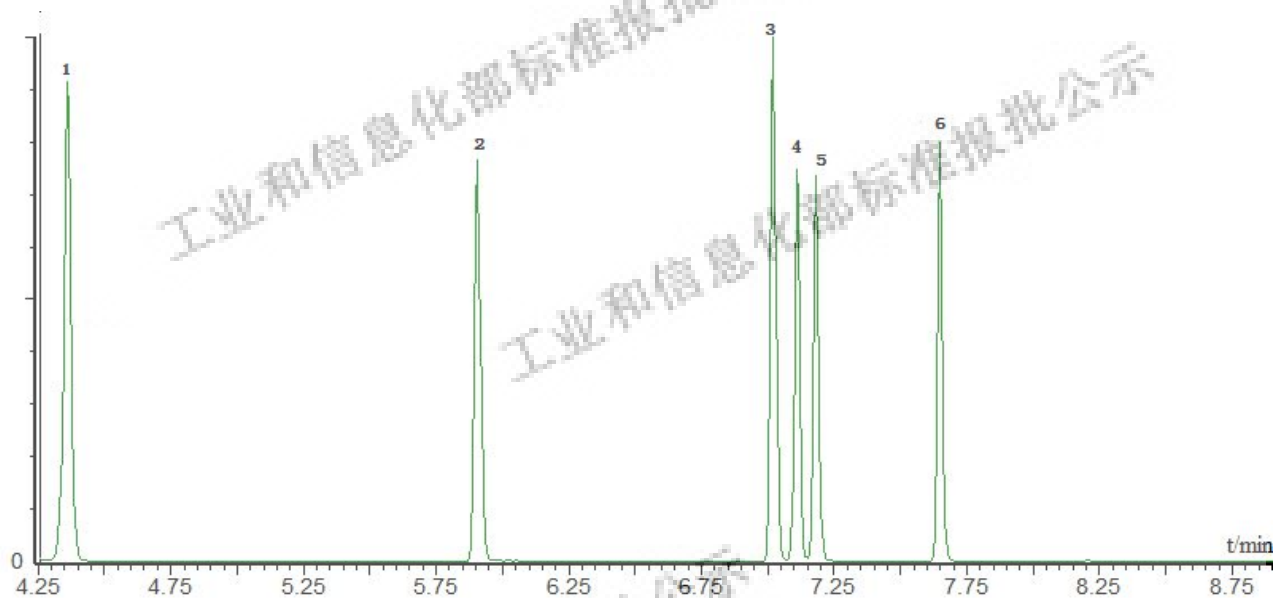
### 6.2 色谱柱及操作条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1，典型的总离子流色谱图见图 1。能满足同等分离要求的其他色谱柱和分析条件也可使用。

表 1 推荐的色谱柱及典型操作条件

色谱条件		
色谱柱固定相		聚乙二醇
柱长, m		30
内径, mm		0.25
液膜厚度, $\mu\text{m}$		0.25
载气		He
流量, mL/min		1.0
柱温控制程序	初温, $^{\circ}\text{C}$	40
	初温保持时间, min	4
	升温速率, $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	20
	终温, $^{\circ}\text{C}$	150
表 1 推荐的色谱柱及典型操作条件(续)		
柱温程序	终温保持时间, min	1

汽化室温度, °C	200
分流比	10:1
进样量, $\mu\text{L}$	1
质谱条件	
离子源	电子轰击电离源
电离能量	70eV
溶剂延迟时间, min	0~4 <sup>a</sup>
全扫描模式质量扫描范围, u	50~300
选择离子扫描模式	(4.0~5.0) min <sup>a</sup> , 方式 A: m/z=78
	(5.0~11.0) min <sup>a</sup> , 方式 B: m/z=91
调谐方法	自动调谐
<sup>a</sup> 不同的色谱柱和色谱条件会使各苯系物的出峰时间发生变化, 测定时可根据本文件 8.2 确认的实际出峰时间选择相应的溶剂延迟时间和选择离子扫描时间。	



标引序号说明:

- 1——苯;
- 2——甲苯;
- 3——乙苯;
- 4——对二甲苯;
- 5——间二甲苯;
- 6——邻二甲苯。

图 1 乙酸乙烯酯中苯系物标样的总离子流色谱图

### 6.3 记录装置

色谱-质谱工作站。

#### 6.4 分析天平

感量：0.0001 g。

#### 6.5 进样装置

10  $\mu$ L 微量注射器。推荐采用自动进样器。

### 7 采样

按GB/T 3723和GB/T 6680的规定要求进行采样。

### 8 分析步骤

#### 8.1 仪器准备

根据仪器操作说明书，按照表 1 推荐的操作条件调节仪器，待仪器稳定后即可开始测定。

#### 8.2 各苯系物定性和保留时间确认

吸取适量标准工作溶液(5.4)，注入气相色谱-质谱仪中，记录全扫描模式下的总离子流色谱图(见图 1)和质谱图，根据表 2 所列各苯系物的特征离子，对各苯系物组分进行定性，并确认各苯系物的保留时间。

表 2 各苯系物特征离子对照表

序号	苯系物名称	定性特征离子及丰度比	定量特征离子
1	苯	78:51 (100:16)	78
2	甲苯	91:51 (100:4)	91
3	乙苯	91:106 (100:37)	91
4	对二甲苯	91:106:77:51 (100:53:13:9)	91
5	间二甲苯	91:106:77:51 (100:55:12:8)	91
6	邻二甲苯	91:106:77:51 (100:51:11:8)	91

#### 8.3 标准曲线绘制

##### 8.3.1 系列标准溶液的配制

在 5 个 2 mL 样品瓶中，按表 3 分别吸取标准工作溶液 (5.4) 和乙酸乙烯酯基液 (5.2)，称量，称准至 0.0001 g，混匀。该系列标准溶液各苯系物的含量约为 0.02 mg/kg、0.04 mg/kg、0.08 mg/kg、0.12 mg/kg、0.20 mg/kg，其准确含量  $w_i$ ，以 mg/kg 计，按式 (2) 计算：

$$w_i = \frac{m_1 \times w_s}{m_2} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

$w_s$ ——标准工作溶液中各苯系物的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$m_1$ ——吸取标准工作溶液的质量，单位为克(g)；

$m_2$ ——吸取标准工作液和乙酸乙烯酯基液的总质量，单位为克(g)。

若待测试样的苯系物含量超出表3所配制标准溶液苯系物含量的上限，可参照表3配制更高含量的标准溶液；也可将待测试样用乙酸乙烯酯基液(5.2)稀释后测定。

表3 系列标准溶液配制表

序号	吸取标准工作溶液的体积/ $\mu\text{L}$	吸取乙酸乙烯酯基液的体积/ $\mu\text{L}$
1	20	980
2	40	960
3	80	920
4	120	880
5	200	800

### 8.3.2 标准曲线的绘制

采用选择离子扫描模式分段扫描，以定量特征离子进行定量分析。各苯系物的定量特征离子见表2。

按表1推荐的操作条件，分别准确吸取1.0  $\mu\text{L}$  各标准溶液，注入气相色谱-质谱仪进行分析，记录选择离子色谱图，测量各苯系物组分的峰面积。重复测定两次，两次测定结果之差应不大于其平均值的5%，取其平均值作为各苯系物组分的峰面积。

在相同条件下，准确吸取1.0  $\mu\text{L}$  乙酸乙烯酯基液(5.2)进行空白分析，重复测定两次，取其平均值作为乙酸乙烯酯基液中各苯系物组分的峰面积(空白)。

以扣除空白后的标准溶液中各苯系物峰面积的平均值为纵坐标，标准溶液各苯系物的含量为横坐标，绘制标准曲线，标准曲线的线性相关系数应不低于0.995。

### 8.4 试样测定

按与标准溶液测定相同的操作条件，准确吸取1.0  $\mu\text{L}$  试样注入气相色谱-质谱仪进行分析，记录选择离子色谱图，测量各苯系物组分的峰面积。从标准曲线上查得试样中各苯系物的含量。

### 8.5 结果表示

以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果，按GB/T 8170进行修约，结果精确至0.001 mg/kg。

## 9 精密度

### 9.1 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对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 15%，以大于其平均值的 15% 的情况不超过 5% 为前提。

## 9.2 再现性

在不同的实验室，由不同操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 30%，以大于其平均值的 30% 的情况不超过 5% 为前提。

## 10 质量保证和控制

10.1 实验室应定期分析质量控制样品，以保证结果的准确性。

10.2 质量控制样品应当是稳定的，且相对于被分析样品是具有代表性的。质量控制样品可选用自行配制的标样或市售的有证标样。

## 11 报告

报告应包括下列内容：

- a) 有关样品的全部资料，例如样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果；
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明；
- e) 分析人员的姓名及分析日期等。