

ICS 37.040.20
G 80
备案号: 59423—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5143—2017

山嵛酸纯度的测定 气相色谱法

Determination of docosanoic acid content—
Gas chromatography

2017-07-07 发布

2018-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国数码影像材料与数字印刷材料标准化技术委员会（SAC/TC432）归口。

本标准起草单位：中国乐凯集团有限公司、乐凯华光印刷科技有限公司。

本标准主要起草人：周淑千、李秀贞、韩明星、李合成。

山嵛酸纯度的测定

气相色谱法

安全警告

本试验方法中使用的部分化学试剂具有毒性和腐蚀性，应符合 GB/T 603 的规定。一些实验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和健康措施。

1 范围

1.1 本标准规定了山嵛酸纯度的测定方法。

1.2 本标准适用于山嵛酸纯度的测定。

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 603 化学试剂 实验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 原理

山嵛酸在 1 % 硫酸甲醇溶液的作用下甲酯化生成山嵛酸甲酯，样品用甲醇溶解后注入色谱柱内，在一定条件下进行分离，用面积归一化法计算样品纯度。山嵛酸甲酯的纯度即为山嵛酸的纯度。

4 设备和试剂

4.1 除非另有规定，使用分析纯的试剂。

4.2 水：GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.3 1 %（体积分数）硫酸甲醇溶液：按 GB/T 603 准确量取 1 mL 浓硫酸，加入到盛有甲醇溶液的 100 mL 容量瓶中，并用甲醇定容至 100 mL，混匀，备用。

4.4 石油醚：沸点 60 °C ~ 90 °C。

4.5 甲醇：色谱纯。

4.6 浓硫酸。

4.7 饱和食盐水。

4.8 无水乙醇。

4.9 试管：25 mL 的具塞试管若干。

4.10 水浴箱：感量 0.1 °C。

4.11 电子分析天平：感量 0.1 mg。

4.12 气相色谱仪：带 FID 检测器。

5 分析步骤

称取 0.25 g 左右山嵛酸，加入到 25 mL 具塞试管中，加入 5 mL 1% 硫酸甲醇溶液，70 °C 水浴，反应 70 min~90 min。取出，恢复到室温，加入 5 mL 石油醚萃取，再加入 3 mL~5 mL 饱和食盐水、3 滴~5 滴无水乙醇，静置 5 min。有明显分层，取上清液 0.5 μL 做气相色谱分析。

6 色谱参考条件

色谱参考条件应符合 GB/T 9722—2006 的规定。

色谱柱：石英弹性毛细管柱，0.25 mm（内径）×60 m，内膜厚度 0.32 μm。

程序升温：150 °C 保持 3 min，以 5 °C/min 的速率升温至 220 °C，保持 10 min。进样室温度 250 °C，检测器温度 300 °C。

气流速度：氮气 40 mL/min，氢气 40 mL/min，空气 450 mL/min。

7 计算结果

7.1 样品含量

按公式（1）计算，采用面积归一化法。

$$X_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 ——被测样品的纯度，以 % 表示；

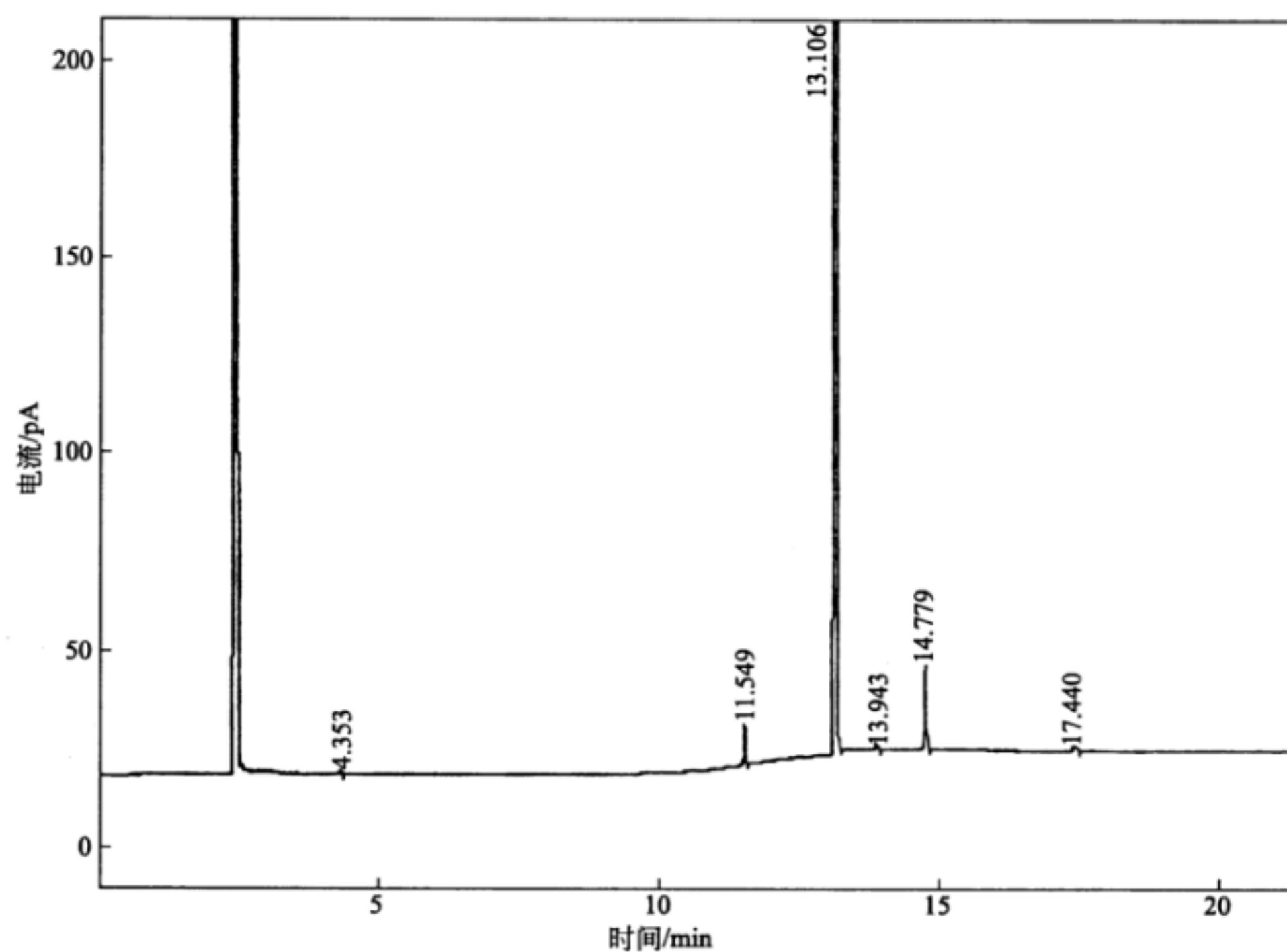
A_1 ——被测样品的峰面积；

$\sum A_i$ ——被测样品中各组分的峰面积之和。

本方法平行测定两次，结果取两次测定的平均值，应符合 GB/T 8170—2008 的规定。两次测定的结果差值不应大于 2.0 %；如果两次结果的相对偏差超过 2.0 %，应舍弃实验结果，重新完成两次单个实验的测定。

7.2 色谱图

山嵛酸酯色谱图见图 1。



说明：

13.1 min 左右——山嵛酸甲酯。

图 1 山嵛酸酯色谱图

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 有关样品的全部资料：批号、日期及地点、试验使用的仪器型号等；
- 分析结果和表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 需要进一步说明的情况。