

ICS 71. 040. 30
G 60
备案号:34561—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3500—2011

代替 HG/T 3500—1982

化学试剂 气相色谱固定液极性常数测试方法

Chemical reagent—Test method for polarity constant of
liquid stationary phase in gas chromatography

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3500—1982《化学试剂 气相色谱固定液极性常数测试方法》，与 HG/T 3500—1982 相比主要变化如下：

- 增加了前言；
- 增加了范围(见第1章)；
- 增加了规范性引用文件(见第2章)；
- 完善了试剂和材料(见第3章,1982年版的第1章)；
- 增加了警告(见5.1)；
- 修改了测定方法(见5.3,1982年版的第2章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准起草单位：天津市产品质量监督检测技术研究院。

本标准主要起草人：洪育春、边晖、汪敏、谭亚军、佟丽丽、吴倩、杨佳玲。

本标准于1982年首次发布，本次为第一次修订。

化学试剂 气相色谱固定液极性常数测试方法

1 范围

本标准规定了测试化学试剂 气相色谱固定液极性常数的试剂、仪器、测定及计算方法,是以苯、正丁醇、2-戊酮、1-硝基丙烷、吡啶五种标准组分在被测固定液与角鲨烷固定液上的保留指数差作为评价该固定液相对极性大小的量度。

本标准适用于以 102 白色担体为载体,使用温度上限等于或高于 120 °C 的固定液产品相对极性常数的测试。

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,仅所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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8980—1996 高纯氮

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 试剂和材料

3.1 一般规定:本标准中的标准组分、参照物、减尾剂均为色谱纯,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

3.2 标准组分:苯、正丁醇、2-戊酮、1-硝基丙烷、吡啶。

3.3 参照物:正构烷烃($C_5 \sim C_{12}$)。

3.4 减尾剂:斯盘-80。

3.5 载体:102 白色担体(0.18 mm~0.25 mm)。

3.6 氮气:应符合 GB/T 8980—1996 中第 3 章的合格品规格。

4 仪器

4.1 一般实验室仪器。

4.2 气相色谱仪:应符合 GB/T 9722 的规定。

4.3 色谱柱:长 2 m、内径为 3 mm。

5 测定

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程中可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 测定条件

检测器:热导池检测器;

载气:氢气;

载气流速:约 40 mL/min;

柱温度:120 °C;

汽化室温度:200 °C;

检测器温度:200 ℃;
进样量:0.4 μL~1 μL。

5.3 测定方法

称取适量固定液,溶于适量的溶剂中,以 $m(\text{固定液}):m(\text{载体})=20:100$ 的比例涂渍到预先已涂渍了斯盘-80(2 g/L)的载体上,驱尽溶剂后,将固定相装入色谱柱内,于 120 ℃通氮气老化处理 4 h。将标准组分等体积混合均匀后,在测定条件下分别测出标准组分绝对保留时间和在每个标准组分前、后出峰的正构烷烃的绝对保留时间。同时记下空气峰的保留时间。

6 计算

样品的极性常数(X' 、 Y' 、 Z' 、 U' 、 S')分别按下式计算:

$$X' = I_X - 653 \dots\dots\dots (1)$$

$$Y' = I_Y - 590 \dots\dots\dots (2)$$

$$Z' = I_Z - 627 \dots\dots\dots (3)$$

$$U' = I_U - 652 \dots\dots\dots (4)$$

$$S' = I_S - 699 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

I_X 、 I_Y 、 I_Z 、 I_U 、 I_S ——测得的苯、正丁醇、2-戊酮、1-硝基丙烷、吡啶的保留指数;
653、590、627、652、699——测得的苯、正丁醇、2-戊酮、1-硝基丙烷、吡啶在角鲨烷固定液上的保留指数(文献值)。

各标准组分的保留指数 I ,分别按式(6)计算:

$$I = 100n + 100 \left\{ \frac{\lg[(t_r - t_m)/(t_n - t_m)]}{\lg[(t_{n+1} - t_m)/(t_n - t_m)]} \right\} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- n ——在标准组分前面出峰的正构烷烃的碳原子个数;
- t_r ——标准组分的绝对保留时间,单位为秒(s);
- t_m ——空气峰的保留时间,单位为秒(s);
- t_n ——含有 n 个碳原子的正构烷烃的绝对保留时间,单位为秒(s);
- t_{n+1} ——含有 $n+1$ 个碳原子的正构烷烃的绝对保留时间,单位为秒(s)。