

ICS 71.040.30
G 60
备案号:34562—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3501—2011

代替 HG/T 3501—1982

化 学 试 剂 气相色谱用载体有效塔板数的测定

Chemical reagent—

Determination of the effective plate number of solid support in a 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 3501—1982《化学试剂 气相色谱用载体有效塔板数的测定》,与 HG/T 3501—1982 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件(见第2章);
- 增加了试剂和材料(见第3章);
- 仪器一章中增加了实验设备(见第4章,1982年版的第1章);
- 增加了警告(见5.1);
- 完善了测定一章中的相关内容(见第5章,1982年版的第2章);
- 修改了计算方法(见第6章,1982年版的第3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:广东省汕头市质量计量监督检测所。

本标准主要起草人:赵质创、陈永、陈敏。

本标准于1982年首次发布,本次为第一次修订。

化学试剂 气相色谱用载体有效塔板数的测定

1 范围

本标准规定了测定化学试剂 气相色谱用载体有效塔板数的试剂、仪器、测定及计算方法。

本标准适用于白色、红色硅藻土载体和有机载体有效塔板数的测定。

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—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13350 绝热用玻璃棉及其制品

3 试剂和材料

3.1 一般规定:本标准除另有规定外,所用试剂级别均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

3.2 固定液:角鲨烷(色谱纯)。

3.3 硝酸溶液:取 100 mL 硝酸,稀释至 1 000 mL。

3.4 玻璃棉:应符合 GB/T 13350 的规定。

3.5 抗静电溶剂:十二烷基二甲苄基氯化铵。

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 色谱柱管:长 1 m、内径为 2 mm~6 mm 的螺旋状不锈钢管。

4.4 标准筛:孔径为 0.18 mm~0.25 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 硅藻土载体

5.2.1 预处理

白色或红色硅藻土载体经标准筛过筛,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中干燥 4 h~6 h,在干燥器中冷却至室温后保存备用。

5.2.2 固定液涂渍

在蒸发皿中将固定液溶于乙醚,使其成为均匀相溶液,将载体浸泡在溶液中,轻轻搅拌或摇匀。勿使载体粉碎。置于通风橱内,在红外灯下使乙醚挥发、干燥。

5.2.3 色谱柱管预处理

将色谱柱管一端与真空泵连接,另一端接漏斗,倒入 50 mL 硝酸溶液并浸泡 5 min,用水抽洗至中性,再用 50 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)浸泡 5 min,最后用水抽洗至中性,烘干备用。

5.2.4 色谱柱填充

在处理过的色谱柱管的一端垫一层玻璃棉,接真空泵减压抽空,通过漏斗把用固定液涂渍后的硅藻土载体吸入柱管,同时轻轻敲打柱管的各个部位,使其均匀紧密地装入柱管内,直至不再进入柱内为止。

5.2.5 色谱柱老化

把填充好的色谱柱的进气口与气相色谱仪的载气口连接,柱子的末端先不接检测器,通氮气,流速不低于 40 mL/min,逐渐缓慢升温至 100 °C 老化 4 h。老化完毕后在氮气中逐渐降温。

5.2.6 测定条件

检测器:热导检测器;

载气:氢气;

载气流速:40 mL/min;

柱温度:60 °C;

汽化室温度:140 °C;

检测室温度:100 °C;

进样物:正庚烷;

进样量:0.5 μ L~1.0 μ L。

5.2.7 测定方法

按测定条件(5.2.6)进样,测出正庚烷的调整保留值和半高峰宽。

5.3 有机载体

5.3.1 色谱柱填充

色谱柱管经 5.2.3 预处理后,注入适量的抗静电溶剂,使其经柱管末端流出,通氮气至柱管内溶剂挥发,用有机载体代替硅藻土载体,填充操作同 5.2.4。

5.3.2 色谱柱老化

把填充好的色谱柱的进气口与气相色谱仪的载气口连接,柱子的末端先不接检测器,通氮气,流速不低于 40 mL/min,逐渐缓慢升温至 230 °C 老化 4 h。老化完毕后在氮气中逐渐降温。

5.3.3 测定条件

检测器:热导检测器;

载气:氢气;

载气流速:40 mL/min;

柱温度:170 °C;

汽化室温度:200 °C;

检测室温度:200 °C;

进样物:正丁醇;

进样量:0.3 μ L~0.5 μ L。

5.3.4 测定方法

按测定条件(5.3.3)进样,测出正丁醇的调整保留值和半高峰宽。

6 计算

按 GB/T 9722—2006 中 A.3 的规定计算。

7 精密度

在测定次数不少于 11 次的情况下,相对标准偏差不大于 5 %。

中华人民共和国
化工行业标准
化学试剂
气相色谱用载体有效塔板数的测定

HG/T 3501—2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数7千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1090

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究