



中华人民共和国国家标准

GB/T 21541—2008

工业用氯代甲烷类产品纯度的测定 气相色谱法

Chlorinated methanes for industrial use—
Determination of purity—Gas chromatography

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用氯代甲烷类产品纯度的测定
气相色谱法

GB/T 21541—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字

2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31708

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准的附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:浙江衢化氟化学有限公司、国家氟材料工程技术研究中心。

本标准主要起草人:刘红秀、陈科峰、汤月明、张学良、吴周安、钟军、宓宏、陈彩琴、谭显文。

本标准首次发布。

工业用氯代甲烷类产品纯度的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了工业用二氯甲烷(CH_2Cl_2)、三氯甲烷(CHCl_3)、四氯化碳(CCl_4)组分测定的试验方法。

本标准适用于不以环戊烯为稳定剂的工业用二氯甲烷(CH_2Cl_2)、三氯甲烷(CHCl_3)、四氯化碳(CCl_4)及其杂质含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 方法提要

在选定的色谱操作条件下,氯代甲烷类样品汽化后通过色谱柱,使欲测定的诸组分分离,用火焰离子化检测器检测,以校正面积归一化法计算,扣除样品中水分,得到氯代甲烷类产品纯度的质量分数。

4 试剂和材料

- 4.1 氮气:纯度的体积分数大于99.8%;
- 4.2 氢气:纯度的体积分数大于99.8%;
- 4.3 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化;
- 4.4 二氯甲烷:纯度的质量分数 $\geq 99.9\%$,作为校准用标准样品的本底;
- 4.5 三氯甲烷:纯度的质量分数 $\geq 99.9\%$,作为校准用标准样品的本底;
- 4.6 四氯化碳:纯度的质量分数 $\geq 99.9\%$,作为校准用标准样品的本底;
- 4.7 校准用标准样品的各杂质组分:色谱纯或纯度的质量分数 $\geq 99.5\%$ 。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:带有火焰离子化检测器(FID),可进行毛细色谱柱分析。在符合 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 规定的色谱条件下,以苯为试样,检出限 $D \leq 5 \times 10^{-10}$ g/s;
- 5.2 记录仪:色谱工作站或处理机;
- 5.3 进样器:微量注射器 $1 \mu\text{L}$,或自动进样器;
- 5.4 带隔垫的螺纹口瓶:100 mL。

6 色谱分析条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表1。氯代甲烷类的典型色谱图和相对保留时间见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。