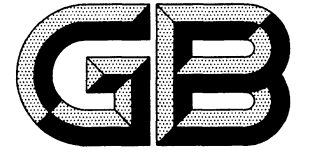


ICS 71.040.40
G 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 16631—1996

GB/T 16631—1996

柱液相色谱分析法通则

General rules for analytical methods
of liquid column chromatography

中华人民共和国
国家标准
柱液相色谱分析法通则
GB/T 16631—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 51千字
1997年6月第一版 1997年6月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-13814 定价 16.00元

*

标目 312—052



GB/T 16631—1996

1996-12-02 发布

1997-05-01 实施

国家技术监督局发布

表 M1(完)

聚合物	溶剂	温度 (°C)	M—H 常数		可用分子量 范围 ×10 ⁻³
			K×10 ⁴	α	
聚苯乙烯	ODCB	135	1.38	0.70	2~900
聚乙烯	ODCB	135	5.046	0.693	10~1 000
聚丁二烯(氢化)	ODCB	135	2.7	0.746	10~500
聚丙烯	ODCB	135	1.30	0.78	28~460
聚二甲基硅氧烷	ODCB	87	8.19	0.50	20~800
聚苯乙烯	间甲酚	135	2.02	0.65	4~2 000
聚乙烯对苯二酸酯	间甲酚	135	1.75	0.81	2.7~32
尼龙-66	间甲酚	130	0.40	1.00	8~24
尼龙-6	间甲酚	25	32	0.62	0.5~5
尼龙-610	间甲酚	25	1.35	0.96	8~24

注: THF 系四氢呋喃, ODCB 系邻二氯苯

附录 N

(提示的附录)

典型的体积排除色谱法色谱图

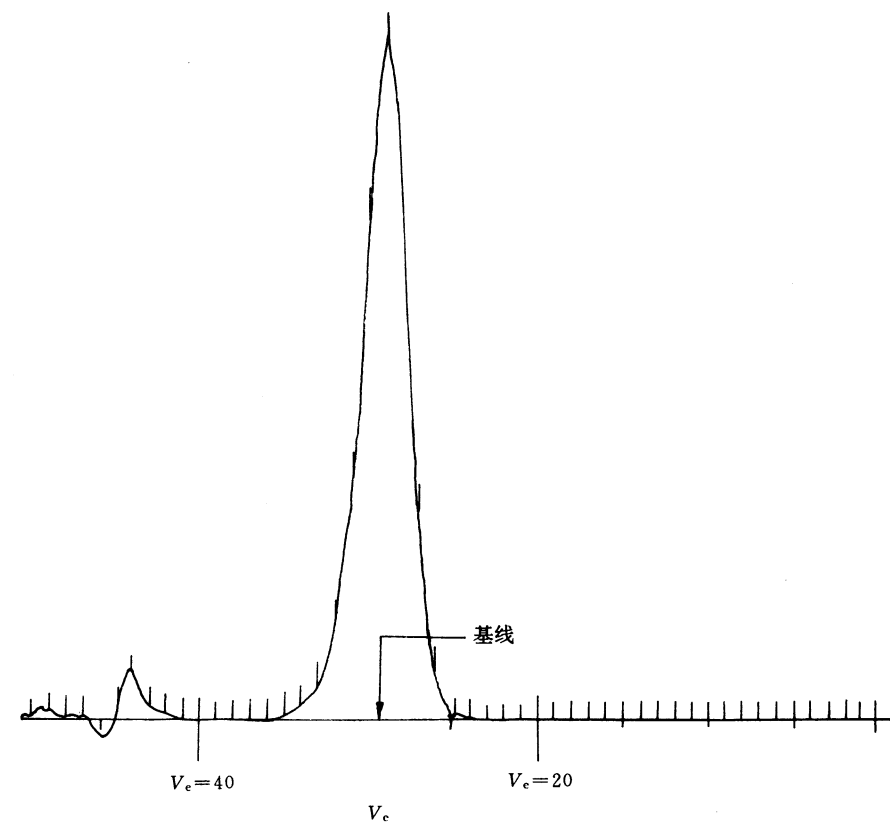


图 N1 典型的体积排除色谱法色谱图

目次

前言 III

1 范围 1

2 引用标准 1

3 方法概要 1

4 仪器 1

5 流动相 3

6 柱填充剂 6

7 试验前的准备工作 9

8 操作 10

9 色谱柱的评价 10

10 色谱图的整理 11

11 定性分析 11

12 定量分析 11

13 分子量的测定 11

附录 A(提示的附录) 用于液相色谱法中溶剂的性质 13

附录 B(提示的附录) 二元溶剂体系的组成与其强度的关系 15

附录 C(提示的附录) 溶剂的选择性三角坐标 16

附录 D(提示的附录) 离子交换色谱法中常用的缓冲剂 17

附录 E(提示的附录) 柱填充剂 18

附录 F(提示的附录) 化学键合相柱填充剂 19

附录 G(提示的附录) 环境要求 21

附录 H(提示的附录) 安全要求 21

附录 J(提示的附录) 典型标准色谱图的操作参数 21

附录 K(提示的附录) 鉴定分离组分的仪器和化学方法 22

附录 L(提示的附录) 定量分析方法的计算公式 22

附录 M(提示的附录) 使用普适校准进行分子量测定的 M—H 常数 23

附录 N(提示的附录) 典型的体积排除色谱法色谱图 24

附录 P(提示的附录) 平均分子量的计算示例 25

- 梯度洗脱的操作条件；
- 试样名称、预处理方法及进样量；
- 组分的保留值；
- 使用化学反应(包括衍生化反应)所用试剂的名称及反应条件等；
- 其他的必要事项。

附录 K

(提示的附录)

鉴定分离组分的仪器和化学方法

表 K1 鉴定分离组分的仪器和化学方法

方法	近似最小试样量(μg)	所得到的信息
质谱	0.005	分子量和经验式,结构信息,确定结构
红外	50(0.05) ¹⁾ (固态样品) 50(0.05) ¹⁾ (液态样品)	官能团,可能的结构,确定结构
核磁共振	1 000(5) ¹⁾	含有 ¹ H、 ¹¹ B、 ¹³ C、 ¹⁹ F 和 ³¹ P 的结构,确定结构
元素分析	200~1 000	元素百分比,元素比
显色反应	0.1	官能团
紫外	0.1	共轭体的可能结构,确定部分结构
极谱	0.1	氧化还原电位,转移的电子数,确定部分结构
荧光分光	0.05	确定部分结构

1)使用傅立叶变换技术

附录 L

(提示的附录)

定量分析方法的计算公式

L1 内标法

$$X_i(\%) = \frac{m_s \cdot A_i \cdot f_{s,i}}{m \cdot A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots(L1)$$

式中: X_i ——试样中组分 i 的百分含量;

m ——试样的质量, g;

m_s ——加入内标物质的质量, g;

A_i ——组分 i 的峰面积, cm^2 ;

A_s ——内标物质的峰面积, cm^2 ;

$f_{s,i}$ ——组分 i 与内标物质相比的校正因子。

L2 外标法

$$X_i = E_i \times \frac{A_i}{A_E} \quad \dots\dots\dots(L2)$$

式中: X_i ——试样中组分 i 的含量;

E_i ——标准试样中组分 i 的含量;

A_i ——试样中组分 i 的峰面积, cm^2 ;

前 言

本标准是参考日本 JIS K0124—1983《高效液相色谱分析通则》以及有关国内、国外资料按 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》制定的。

日本 JIS K0124—1983 仅仅适用于高效液相色谱法,内容简单。本标准适用于柱液相色谱法(包括高效柱液相色谱法),并且增加了章、条及其相关的内容。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H、附录 J、附录 K、附录 L、附录 M、附录 N、附录 P 都是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部标准化研究所归口。

本标准起草单位:化学工业部标准化研究所、天津大学。

本标准主要起草人:蔡建安、赵秋雯。