

中华人民共和国

国家 标 准

GB 2604—81

邻甲酚组成的气相色谱测定方法

本标准适用于从煤焦油、含酚污水制取的邻甲酚的组成分析。

一、仪器和试剂

1. 仪器和试剂

气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：柱长 3 米，内径 4 毫米的不锈钢管。

微量注射器：10 微升。

分析天平：感量 0.0001 克。

托盘天平：感量 0.01 克。

色谱固定液：阿匹松 L。

色谱固定液：聚乙二醇-20000。

抗坏血酸：分析纯。

6201 红色载体：酸洗，40~60 目。

丙酮：分析纯。

苯：分析纯。

邻甲酚：无苯酚、间对甲酚和 2,6-二甲酚等杂质，或杂质含量已知。

苯酚：含量不小于 99%。

间甲酚：含量不小于 99%。

对甲酚：含量不小于 99%。

2,6-二甲酚：含量不小于 99%。

二、准备工作

2. 柱填料的制备

称取聚乙二醇-20000 0.0200 克，抗坏血酸 0.0750 克，置于 200 毫升烧杯中，加入与 15 克载体等体积的丙酮，在搅拌下使固定液完全溶解（溶解速度较慢，可在水浴上适当加热，若溶剂挥发，应补充）。称取 15.0 克 6201 载体并加入溶液中，混匀。在不时翻动下，挥发出全部溶剂。置于 100℃ 干燥箱中烘干。另称阿匹松 L 1.95 克，加入与上述载体等体积的苯，在搅拌下使固定液全部溶解。将上述烘干并已涂渍过的载体加入溶液中，混匀。在不时翻动下，让溶剂完全挥发。置于 100℃ 干燥箱中烘干备用。

3. 色谱柱的填充与老化

在振动下将制备好的填料紧密装入已洗净干燥的柱管中，两端用玻璃棉封住，填充好的色谱柱安装于色谱仪中，通小流量的载气，在 160℃ 下老化约 4 小时，使基线稳定。

4. 标样的配制

准确称取 5 份各为 10 克左右的邻甲酚试剂，再分别准确称入不同量的苯酚、间对甲酚（间甲酚和对甲酚按 2:1 重量比混合）和 2,6-二甲酚，使各杂质组分含量在 0.2~2% 之间变化，将标样充分混匀。

国家 标 准 总 局 发 布

中华人 民共 和 国 冶金 工业 部 提 出

1982年1月1日 实 施

梅山工程指挥部 起草