



中华人民共和国国家标准

GB 7375—87

GB 7375—87

工业用氟代甲烷类纯度的测定 气相色谱法

Fluorinated methanes for industrial uses
—Determination of purity
—Gas chromatography

中华人民共和国
国家标准
工业用氟代甲烷类纯度的测定
气相色谱法
GB 7375—87

*

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.bzcs.com

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 13 千字

1987年11月第一版 2005年8月第二次印刷

*

书号:155066·1-24236 定价 10.00 元

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

1987-02-16 发布

1987-07-01 实施

国家标准局 发布



GB 7375—1987

中华人民共和国国家标准

工业用氟代甲烷类纯度的测定
气相色谱法

GB 7375-87

Fluorinated methanes for industrial uses
—Determination of purity
—Gas chromatography

1 适用范围

本标准适用于工业用氟代甲烷类一氟三氯甲烷 (F_{11})、二氟二氯甲烷 (F_{12})、二氟一氯甲烷 (F_{22}) 的组分分析。

F_{11} 、 F_{12} 、 F_{22} 的纯度不低于99.0%。

2 方法原理

氟代甲烷试样的气体或液体气化后通过色谱柱，使欲测定的诸组分分离，用热导检测器加以检测，并从得到的各色谱峰以面积归一化法计算百分含量。

3 材料与试剂

3.1 载气：氢气，纯度大于99.5%。

3.2 载体：色谱硅胶，粒度60~80目或80~100目。

3.3 固定液： $\beta\cdot\beta'$ -氧二丙腈，色谱纯。

3.4 溶剂：丙酮，(分析纯)。

4 仪器

4.1 气相色谱仪，配有热导检测器（以氢气作载气，对苯的灵敏度应优于800 mV、ml/mg）。

4.2 进样器：微量注射器，容量10~25 μ l。

注射器，容量1~5 ml。

4.3 色谱柱管：柱长2~3 m、内径3~4 mm的不锈钢管。

5 操作步骤

5.1 固定相：称取 $\beta\cdot\beta'$ -氧二丙腈1g置于烧杯中，用丙酮溶解，然后加入色谱硅胶20g，搅匀，置红外灯下，在经常搅拌中烘干备用。

5.2 色谱柱的装填及装入量：将色谱柱管的一端用少许玻璃棉或铜网堵塞，并将该端与抽气系统连接，在轻轻的振动下，将固定相从另一端通过漏斗装入色谱柱。装填量约4g/m。

5.3 色谱柱的老化：在通入载气下升温至60℃，老化8 h。

5.4 分析条件：分析条件必须选用对所用仪器最合适的条件，以得到合适的分离度。以103型气相色谱仪为例，分析条件见表1。

表 1

样品种类	F ₁₁	F ₁₂	F ₂₂	
仪器	上海分析仪器厂生产的103型气相色谱仪			
检测器	热导检测器			
色谱柱	长2 m、内径3 mm不锈钢柱			
固定相	上海试剂厂硅胶(80~100目): β · β' -氧二丙腈=100:5			
填充量	3.9g/m			
温度 ℃	柱	50	50	50
	检测器	100	50	50
	汽化室	100	70	70
检测器电流, mA	150	150	150	
载气柱前压力, kPa	117	98	98	
载气流速, ml/min	63	50	50	
进样量	5 μ l(液体)	1ml(气体)	3ml(气体)	
记录器满量程, mV	5			
记录纸速, mm/min	4	8	8	

5.5 采样: 工业用氟代甲烷类的采样可用小钢瓶或内壁衬有金属薄膜的气袋。

5.6 测定: 气相色谱仪启动后, 进行必要的调节, 使仪器达到合适的条件, 并稳定数分钟后即可进样。

在表1所列条件下各组分的色谱图和保留时间 t_R 以及相对调整保留时间 t_R' 见图1、图2、图3和表2所示。

7 重复性

同一操作人员使用同一仪器, 同一样品在相同的操作条件下, 用正常和正确的操作方法进行试验, 两次测定结果之差不大于0.1%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出, 由化学工业部北京化工研究院归口。

本标准由上海电化厂负责起草。

本标准主要起草人许积信、杨均清。