

前 言

本标准是等效采用日本工业标准 JIS K 1351—1993《乙酸》中“甲酸含量的测定 气相色谱法”对 GB 1628—1989《工业冰乙酸》的修订。

在 JIS K 1351—1993 标准正文中,对色谱柱、内标物和推荐的分析条件未做具体规定,本标准规定了这些分析条件。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准负责起草单位:吉化集团公司电石厂。

本标准参加起草单位:上海吴泾化工有限公司、上海石油化工股份有限公司化工事业部、江苏索普(集团)有限公司醋酸厂。

本标准主要起草人:熊合中、陈帆、李昌。

本标准委托全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

中华人民共和国国家标准

工业冰乙酸中甲酸含量的测定 气相色谱法

GB/T 1628.5—2000

Glacial acetic acid for industrial use—Determination of
formic acid content—Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了测定工业冰乙酸中甲酸含量的气相色谱法。

本标准适用于工业冰乙酸产品中甲酸含量的测定。

2 方法提要

工业冰乙酸中各组分在癸二酸/GDX 103 柱上分离,热导检测器检测,乙酸乙酯为内标物,内标法定量。

3 试剂和材料

3.1 氢气:纯度 99.9%(V/V)。

3.2 试剂

3.2.1 甲酸:色谱纯。

3.2.2 乙酸乙酯:色谱纯。

3.2.3 冰乙酸:优级纯。

3.2.4 高锰酸钾:分析纯。

3.2.5 无水乙醇:分析纯。

3.2.6 固定液:癸二酸。

3.2.7 载体:GDX103,孔径 0.18~0.25 mm。

4 仪器

4.1 气相色谱仪。

4.2 检测器:热导检测器。

4.3 记录仪:满量程为 1 mV,或色谱数据处理机。

4.4 色谱柱

4.4.1 柱管:长 1.5~2.0 m,内径 2~3 mm 的不锈钢管或硼硅玻璃管。

4.4.2 填充物

固定液:载体=7:100。

涂渍固定液的方法:称取 0.28 g 癸二酸,置于 200 mL 烧杯中,加约 23 mL 无水乙醇溶解,然后加 4.0 g 载体,使载体完全浸没,稍加搅拌,在水浴上缓慢挥发溶液至干,然后移至 100℃电热恒温干燥箱中干燥 2 h。

4.4.3 填充方法

将色谱柱的出口端(接检测器端)塞上玻璃棉,接真空泵,另一端接漏斗,开启真空泵,在轻轻地振动