



中华人民共和国国家标准

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

1987-02-16 发布

1987-07-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

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 μl。
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1 g置于烧杯中，用丙酮溶解，然后加入色谱硅胶20 g，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4 g/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。