

ICS 71.040.30
G 67
备案号:41906—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4581—2013

化学试剂 高效液相色谱淋洗液 甲醇

Chemical reagent—
Methanol for high performance liquid chromatography eluent

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准起草单位:天津市产品质量监督检测技术研究院、天津市康科德科技有限公司、泰州市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人:张雪丹、宋金链、黄银波、佟丽丽、杨佳玲、赵秀元、张玉芝、王爱霞。

化学试剂 高效液相色谱淋洗液 甲醇

警告:本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

示性式:CH₃OH

相对分子质量:32.04(根据2011年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 高效液相色谱淋洗液 甲醇的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。
本标准适用于化学试剂 高效液相色谱淋洗液 甲醇的检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
- GB/T 611—2006 化学试剂 密度测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9726 化学试剂 还原高锰酸钾物质测定通则
- GB/T 9733 化学试剂 羰基化合物测定通用方法
- GB/T 9736—2008 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法
- GB/T 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则
- GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则
- SN/T 2383 液体化工品 密度和相对密度的测定 数字式密度计法

3 性状

本试剂为无色透明液体,能与水、醇、醚等互溶。

4 规格

高效液相色谱淋洗液 甲醇的规格见表1。

表 1 高效液相色谱淋洗液 甲醇的规格

名 称	规 格
含量(CH ₃ OH), w/%	≥99.9
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.791~0.793
色度/黑曾单位	≤10
与水混合试验	合格
蒸发残渣, w/%	≤0.000 5
水分(H ₂ O), w/%	≤0.05
酸度(以 H ⁺ 计)/(mmol/g)	≤0.000 4
碱度(以 OH ⁻ 计)/(mmol/g)	≤0.000 08
易炭化物质	合格
羰基化合物(以 CO 计), w/%	≤0.005
还原高锰酸钾物质	合格
吸光度	
A ₁ (205 nm)	≤1.00
A ₂ (210 nm)	≤0.60
A ₃ (220 nm)	≤0.30
A ₄ (230 nm)	≤0.15
A ₅ (240 nm)	≤0.05
A ₆ (260 nm)	≤0.01

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

按 GB/T 9722—2006 的规定测定。

5.2.1 测定条件

检测器:火焰离子化检测器;

载气及流速:氮气,60 mL/min;

色谱柱:聚乙二醇-20 M(PEG-20 M)(高惰性交联)毛细管柱(或能达到同等分离效果);

柱长:60 m;

柱内径:0.25 mm;

液膜厚度:0.25 μm;

柱温度:65℃;

汽化室温度:180℃;

检测室温度:180℃;

不对称因子: $f \leq 1.7$;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 0.5 \text{ mm}$;

进样量:0.5 μL;

柱流量:2.13 mL/min;

分流比:50:1。

5.2.2 定量方法

按 GB/T 9722—2006 中 9.2 的规定测定。

5.3 密度

5.3.1 密度瓶法(仲裁法)

按 GB/T 611—2006 中 4.2 的规定测定。

5.3.2 数字式密度计法

按 SN/T 2383 的规定测定。

5.4 色度

量取 50 mL 样品,注入 50 mL 比色管中,按 GB/T 605 的规定测定。

5.5 与水混合试验

量取 10 mL(8 g)样品,置于 50 mL 比色管中,加 30 mL 水,摇匀,放置 30 min。在黑色背景下轴向观察,溶液应澄清。

5.6 蒸发残渣

量取 252 mL(200 g)样品,按 GB/T 9740 的规定测定。

5.7 水分

量取 10 mL(8 g)样品,以 20 mL 甲醇为溶剂,按 GB/T 606 的规定测定。

5.8 酸度

取 100 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s。加 25.2 mL(20 g)样品,摇匀,用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s,结果按 GB/T 9736—2008 中 5.1.2 的规定计算。

5.9 碱度

取 100 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴甲基红指示液(1 g/L),用盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由黄色变为红色,保持 30 s。加 25.2 mL(20 g)样品,摇匀,用盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由黄色变为红色,并保持 30 s,结果按 GB/T 9736—2008 中 5.1.2 的规定计算。

5.10 易炭化物质

按 GB/T 9737 的规定测定。其中:量取 10 mL 硫酸(优级纯,95.0%±0.5%),冷却至 10℃,在振摇下逐滴加入 10 mL(8 g)样品(此时溶液温度不得超过 20℃),放置 15 min。溶液所呈颜色不得深于标准色 Q/15。

5.11 羰基化合物

量取 0.5 mL(0.4 g)样品,用无羰基的甲醇稀释至 10 mL 后,按 GB/T 9733 的规定测定。溶液所呈暗红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.02 mg 的羰基化合物(CO)标准溶液,与样品同时、同样处理。

5.12 还原高锰酸钾物质

按 GB/T 9726 的规定测定。其中:量取 20 mL(16 g)样品,注入干燥的具塞比色管中,调节温度至 15℃,加 0.1 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)=0.1 \text{ mol/L}\right]$,摇匀,盖好塞子,于 15℃ 避光放置 15 min。溶液所呈粉红色不得消失。

5.13 吸光度

按 GB/T 9721—2006 的规定测定。

HG/T 4581—2013

5.13.1 测定条件

仪器:紫外-可见分光光度计;

吸收池:1 cm 石英吸收池;

参比溶液:水;

波长:205 nm、210 nm、220 nm、230 nm、240 nm、260 nm。

5.13.2 测定方法

在上述波长处按 GB/T 9721—2006 中 7.2 的规定分别测定吸光度。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、5 类。

内包装形式:NBV-20、NBV-21、NBV-23、NBV-24、NBV-27、NBV-28。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。

标签:符合 GB 15258 的规定,注明“易燃液体”和“有毒品”。

中华人民共和国

化工行业标准

化学试剂 高效液相色谱淋洗液 甲醇

HG/T 4581—2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1653



B001SPHHHS 100231208

化学试剂高效液相色谱淋洗液
甲醇(HG/T4581-2013)中华人
民共和国化工行业标准

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究