

前 言

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：谢萍、韩大川、高歌、陈志诚。

1 范 围

本标准规定了出口工业异丙胺中异丙胺含量的测定方法。

本标准适用于出口工业异丙肤中异丙胺含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB / T 6678—1986 化工产品采样总则

GB / T 6680—1986 液体化工产品采样通则

3 取样和制样

3.1 取样按GB / T 6680进行。

3.2 采样单元数按GB / T 6678进行。

3.3 样品保存按GB / T 6680进行。

4 测定方法

4.1 方法提要

试样经毛细管柱分离，用配有热导检测器的气相色谱仪测定，面积归一化法定量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 一异丙胺：在本试验条件下应无杂质检出。

4.2.2 二异丙胺：在本试验条件下应无杂质检出。

4.2.3 标准溶液的配制方法见表1。

表 1

编 号 组 分	1	2	3	4
一异丙胺	30mL 20.5800g	30mL 20.5800g	30mL 20.5800g	30mL 20.5800g
二异丙胺	0.17mL 0.1234g	0.12mL 0.0871g	0.09mL 0.0653g	0.06mL 0.0436g
异丙醇	0.11mL 0.0864g	0.08mL 0.0620g	0.05mL 0.0392g	0.03mL 0.0236g
乙腈	0.08mL 0.0618g	0.05mL 0.0368g	0.05mL 0.0368g	0.03mL 0.0232g
氨水	0.27mL 0.2414g	0.18mL 0.1609g	0.09mL 0.0805g	0.09mL 0.0805g

水	0.15mL 0.150g	0.13mL 0.130g	0.11mL 0.110g	0.05mL 0.050g
---	------------------	------------------	------------------	------------------

4.3 仪器和设备

4.3.1 气相色谱仪并配有热导检测器(TCD)。

4.3.2 色谱柱：0V—17弹性石英毛细管柱，30 m×0.25mm×0.25μm。

4.3.3 微量进样器：10μ L。

4.4 测定

4.4.1 色谱条件

a)载气：氢气，纯度≥99.99%；

b)柱箱温度：40℃ (保持1.6min)～150℃ (保持2.73min)，升温速率30℃ / min；

c)分流比：100：1；

d)汽化室温度：240℃；

e)检测器温度：250℃；

f)进样量：0.2 μL。

4.4.2 校正因子的测定

在稳定的色谱操作条件下，分别测定1～4号标准溶液，准确量取各组分的峰面积或由色谱处理机计算出结果，各组分相对校正因子*f_i*按(1)式计算。

$$f_i = \frac{m_i \bullet A_s}{m_s \bullet A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：*f_i*—*i*组分相对校正因子；

m_i—*i*组分质量，g；

m_S—异丙胺质量，g；

A_i—*i*组分峰面积，cm²；

A_S—异丙胺峰面积，cm²。

4.5 样品测定

保持与测定校正因子时相同的分离条件，用清洁干燥的微量进样器吸取样品0.2μL，迅速注入气相色谱仪中，待各组分出峰完毕，准确量取各组分峰面积或由色谱数据处理机计算。

5 结果计算和表述

5.1 结果计算

工业异丙胺中异丙胺和其他各组分的含量按(2)式计算：

$$X_i = \frac{f_i \bullet A_i}{\Sigma(f_i \bullet A_i)} \dots\dots\dots (2)$$

式中：*X_i*—*i*组分质量百分数，%；

A_i—*i*组分的峰面积，cm²；

F_i—*i*组分的校正因子。

采用三次平行试验的算术平均值作为测定结果。

5.2 精密度

本标准的精密度是在选择3个水平，由8个实验室共同试验确定的，精密度列于表2。

表2

重复性r	再现性R
0.1	0.2

6 工业异丙胺色谱图

