



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0834—1999

出口工业异丙胺含量的测定方法

Method for the determination of industrial isopropylamine for export

1999-12-30 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 发布

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。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

出口工业异丙胺含量的测定方法

SN/T 0834—1999

Method for the determination of industrial isopropylamine for export

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胺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	30 mL	30 mL	30 mL	30 mL
	20.580 0 g	20.580 0 g	20.580 0 g	20.580 0 g
二异丙胺	0.17 mL	0.12 mL	0.09 mL	0.06 mL
	0.123 4 g	0.087 1 g	0.065 3 g	0.043 6 g
异丙醇	0.11 mL	0.08 mL	0.05 mL	0.03 mL
	0.086 4 g	0.062 0 g	0.039 2 g	0.023 6 g
乙腈	0.08 mL	0.05 mL	0.05 mL	0.03 mL
	0.061 8 g	0.036 8 g	0.036 8 g	0.023 2 g

表 1(完)

编号 组分	1	2	3	4
氨水	0.27 mL	0.18 mL	0.09 mL	0.09 mL
	0.241 4 g	0.160 9 g	0.080 5 g	0.080 5 g
水	0.15 mL	0.13 mL	0.11 mL	0.05 mL
	0.150 g	0.130 g	0.110 g	0.050 g

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:OV-17 弹性石英毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm。

4.3.3 微量进样器:10 μL。

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 1.6 min)~150℃(保持 2.73 min),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。

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

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 0.2 μL,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:

$$X_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\sum(f_i \cdot A_i)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

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。

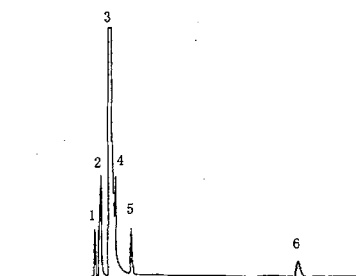
5.2 精密度

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



1—无机氮;2—水;3—异丙胺;4—异丙醇;5—乙醇;6—二异丙胺

异丙胺大口径毛细管柱气相色谱图