

ICS 71.080.99
G 17
备案号: 59258-2018

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 255—2018

代替 DB 22/T 255-2001

工业吗啉含量的测定 大口径毛细管柱气相色谱法

Determination of industrial 1,4-oxidic nitric hexane by

wide-bore capillary GC

2018 - 05 - 21 发布

2018 - 06 - 20 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20001.4-2015给出的规则修订。

本标准代替DB22/T 255-2001《工业吗啉含量的测定方法》。与 DB22/T 255-2001 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为《工业吗啉含量的测定 大口径毛细管柱气相色谱法》；
- 删除规范性引用文件中引用标准年代号（见2001年版的 2）；
- 修改仪器设备中微量进样器规格（见 5.2，2001年版的 4.3）；
- 修改了公式（1）和公式（2）中参数单位（见 7.2和 8，2001年版的 5.1.1和 5.1.2）；
- 修改了对测定结果精密度的要求（见 9，2001年版的 5.2）。

本标准由中华人民共和国吉林出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：吉林出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人：谢萍、杨璐、王玮琳、曹海薇、李晶、姜安华。

本标准的历次版本发布情况为：

- DB22/T 255-2001。

工业吗啉含量的测定 大口径毛细管柱气相色谱法

1 范围

本标准规定了工业吗啉含量的大口径毛细管柱气相色谱测定方法。
本标准适用于工业吗啉含量的测定。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

3 原理

样品经大口径毛细管柱分离，用配有热导池检测器的气相色谱仪测定，采用归一化法定量。

4 试剂或材料

4.1 氨水，25.0 %~28.0 %；

4.2 吗啉， $\geq 99.5\%$ ；

4.3 N-甲基吗啉， $\geq 98\%$ ；

4.4 N-乙基吗啉， $\geq 98\%$ ；

4.5 标准溶液的配制：按吗啉（4.2）：N-甲基吗啉（4.3）：N-乙基吗啉（4.4）：氨水（4.1）=5：0.05：0.05：0.05：0.05，将其用微量天平（精确至0.0001g）称入清洁干燥的容量瓶中，充分摇匀，作为混合标准溶液。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪：配有热导池检测器；

5.2 微量进样器：1 μ L。

6 样品

取样和制样及样品保存按GB/T 6678和GB/T 6680规定执行。

7 试验步骤

7.1 测定

色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱, PEG-20 M 弹性石英毛细管柱, 10 m × 0.53 mm, 1.33 μm 或相当者;
- b) 色谱柱温度, 50℃ $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 80℃ $\xrightarrow{60^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 190℃ (保持 3 min);
- c) 进样口温度, 230℃;
- d) 检测器温度, 250℃;
- e) 载气: 高纯氢, 3 mL/min;
- f) 进样量: 0.2 μL。

7.2 校正因子 f_i 测定

按色谱参考条件测定 (色谱图见附录A)。标准溶液至少配制3组, 每组平行进样3次, 由色谱工作站读出峰面积, 各组分的校正因子 f_i 按 (1) 式计算。

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

式中:

f_i ——i 组分的校正因子;

m_i ——i 组分的质量 (由其纯度换算为实际质量), g;

m_s ——吗啉的质量 (由其纯度换算为实际质量), g;

A_i ——i 组分的峰面积;

A_s ——吗啉的峰面积。

7.3 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 (5.2) 吸取样品 0.2 μL, 迅速注入气相色谱仪 (5.1) 中。待各组分出峰完毕, 由色谱工作站读出峰面积, 采用归一化法定量。

8 试验数据处理

按公式 (2) 计算样品中各组分含量:

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

式中:

X_i ——i 组分的质量百分数, %;

A_i ——i 组分的峰面积 (本标准以测定工业吗啉的含量为主);

f_i ——i 组分的校正因子;

$\sum(f_i \times A_i)$ ——各组分的总峰面积。

计算结果表示至 2 位小数。

9 精密度

以两次平行测定的平均值为测定结果，工业吗啉组分含量的相对偏差不大于 0.20%。

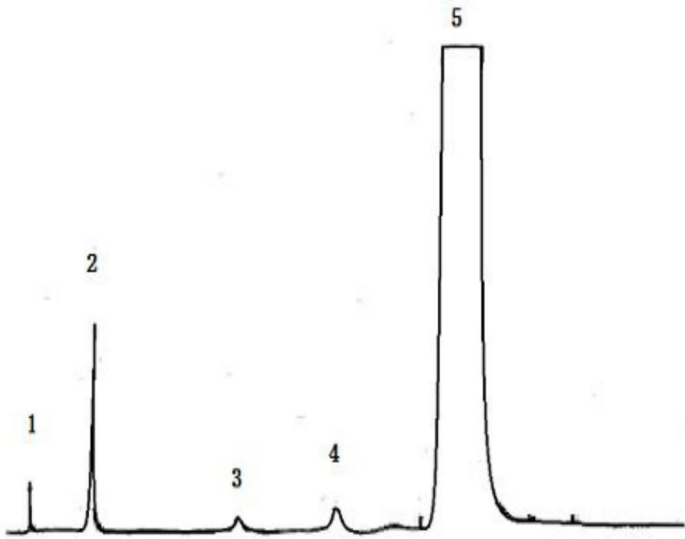
10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- c) 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- d) 结果；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
工业吗啉色谱图

工业吗啉色谱图见图A. 1



图A. 1 工业吗啉色谱图

图中：1. NH_3 ；2. H_2O ；3. N-甲基吗啉；4. N-乙基吗啉；5. 吗啉；