



中华人民共和国国家标准

GB/T 30303—2013

工业用甲胺和甲胺水溶液试验方法

Test method of methylamines and methylamines water solution for industrial use

2013-12-31 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:浙江江山化工股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、山东华鲁恒升化工股份有限公司、安阳九天精细化工股份有限公司。

本标准参加起草单位:江苏宿迁新亚科技有限公司。

本标准主要起草人:管建平、赵秀英、姜双英、黄煜、王一鸣、董善民、胡延风、王少锋。

工业用甲胺和甲胺水溶液试验方法

1 范围

本标准规定了工业用甲胺和甲胺水溶液的试验方法。

本标准适用于甲醇连续气相催化氨化生产的一甲胺、二甲胺、三甲胺及其配制的水溶液的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 试验方法

警告:试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

3.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

3.2 甲胺的试验方法

3.2.1 试液制备

3.2.1.1 试剂

异丙醇:不含在所用色谱条件下与待测样品中的组分无法分离的物质。

3.2.1.2 操作步骤

称取 60 mL~80 mL 异丙醇置于玻璃样品瓶中,将样品以一定的速度通入异丙醇中,控制样品通入的速度以不出现白色烟雾为宜。按此分别制得一甲胺、二甲胺和三甲胺试液,并控制试液达到的质量分数为:一甲胺约为 40%;二甲胺约为 40%;三甲胺约为 30%。称量吸收样品前后样品瓶的质量,两者之差即为试样的质量,所有称量均精确至 0.1 g。

3.2.2 主组分含量和杂质组分含量的测定

3.2.2.1 方法提要

采用气相色谱法,在选定的色谱工作条件下,取 3.2.1 中制备的待测试液经汽化通过色谱柱,使其

中的各组分分离。采用校正面积归一化法定量,最终结果当采用氢火焰离子化检测器(FID)检测时需扣除水分和氨含量,采用热导池检测器(TCD)检测时需扣除水分。

3.2.2.2 试剂

- 氮气:体积分数大于 99.99%,经硅胶或分子筛干燥、净化。
- 氢气:体积分数大于 99.99%,经硅胶或分子筛干燥、净化。
- 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化。

3.2.2.3 仪器

- 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器或热导池检测器,整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。
- 色谱工作站。
- 微量注射器:1 μL 或 10 μL 。

3.2.2.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 1。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 A 中 A.1 和 A.2。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

表 1 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数	
色谱柱	胺类专用毛细管柱(60 m \times 0.32 mm)	
检测器	氢火焰离子化检测器	热导池检测器
柱箱温度/ $^{\circ}\text{C}$	80	70
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	160	160
检测室温度/ $^{\circ}\text{C}$	180	160
桥流/ mA	—	60
载气	氮气(N_2)	氢气(H_2)
载气流量平均线速度/ (cm/s)	30.0	25.0
燃气(氢气)流量/ (mL/min)	35	—
助燃气(空气)流量/ (mL/min)	350	—
分流比	10 : 1	10 : 1
进样量/ μL	0.6	1.0

3.2.2.5 分析步骤

- 根据仪器说明书,调节仪器至表 1 所示的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。根据各组分色谱峰面积和其相对校正因子,采用校正面积归一化法定量。
- 相对校正因子的测定见附录 A 中 A.3。

3.2.2.6 结果计算

采用氢火焰离子化检测器时,各组分的质量分数 w_i ,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum f_i A_i} \times (100\% - w_1 - w_2) \dots\dots\dots (1)$$

式中：
A_i —— 除异丙醇以外的其他组分 i 的峰面积；
f_i —— 除异丙醇以外的其他组分 i 的相对校正因子；
w₁ —— 3.2.3 中测得的氨的质量分数；
w₂ —— 3.2.4 中测得的水的质量分数。
采用热导检测器时，各组分的质量分数 w_i，按式(2)计算：

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum f_i A_i} \times (100\% - w_2) \dots\dots\dots (2)$$

A_i —— 除水、异丙醇以外的其他组分 i 的峰面积；
f_i —— 除水、异丙醇以外的其他组分 i 的相对校正因子；
w₂ —— 3.2.4 中测得的水的质量分数。

3.2.3 氨含量的测定

3.2.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱工作条件下，取 3.2.1 中制备的待测试液经汽化通过色谱柱，使其中的各组分分离。用热导池检测器检测，采用外标法定量。

3.2.3.2 试剂

氢气：体积分数大于 99.99%，经硅胶或分子筛干燥、净化。

3.2.3.3 仪器

同 3.2.2.3。

3.2.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 B 中图 B.1~B.3 和表 B.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	不锈钢柱(2 m×3 mm)
载体	GDX 103 0.18 mm~0.25 mm
固定液	四乙烯戊胺+氢氧化钾
固定液质量比	GDX 103：四乙烯戊胺：氢氧化钾=90：9：1
柱箱温度/℃	70
汽化室温度/℃	150
检测室温度/℃	150
桥流/mA	140
载气	氢气(H ₂)
载气流量/(mL/min)	50
进样量/μL	1.0

3.2.3.5 分析步骤

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的热导池检测器操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。根据氨的色谱峰面积和其校正因子,采用外标法定量。

氨的校正因子的测定见附录 B 中 B.3。

3.2.3.6 结果计算

氨的质量分数 w_1 ,按式(3)计算:

$$w_1 = A \times f \times \frac{m_2}{m_2 - m_1} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- A ——氨组分的峰面积;
- f ——氨的校正因子;
- m_1 ——试液中异丙醇的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试液的质量,单位为克(g)。

3.2.3.7 水分的测定

3.2.3.7.1 分析步骤

按 GB/T 6283—2008 中第 8 章的规定进行。分别测定异丙醇和按 3.2.1 制备的试液的水分含量。

3.2.3.7.2 结果计算

水的质量分数 w_2 ,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{w_3 m_2 - w_4 m_1}{m_2 - m_1} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- w_3 ——试液中水的质量分数;
- w_4 ——异丙醇中水的质量分数;
- m_1 ——试液中异丙醇的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试液的质量,单位为克(g)。

3.2.4 重复性

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值,主组分不大于 0.02%,水分不大于 0.03%,杂质组分不大于 0.008%。

3.3 甲胺水溶液的试验方法

3.3.1 外观的测定

取适量实验室样品置于具塞比色管中,在自然光或日光灯下目测。

3.3.2 主组分含量和杂质组分含量的测定

3.3.2.1 方法提要

第一步用酸碱滴定法测定试样的总碱度;第二步用气相色谱法测定试样中的杂质组分的质量分数。用总碱度减去碱性杂质组分含量,得出被测试样的主组分含量。

3.3.2.2 总碱度的测定

3.3.2.2.1 试剂和溶液

盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.2\text{ mol/L}$ 。

甲基红指示液：2 g/L 乙醇溶液。

称取 0.20 g 甲基红，溶于无水乙醇，用无水乙醇稀释至 100 mL。

3.3.2.2.2 仪器

注射器：1 mL，配封闭针头。

三角烧瓶：250 mL。

3.3.2.2.3 分析步骤

用注射器吸取约 0.5 mL 试样。擦干针头，立即用硅胶垫堵住，称量（精确至 0.000 1 g），取下硅胶垫，将针头立即插入盛有 25 mL 水的三角烧瓶中，慢慢将试样注入，注入后针头立即用硅胶垫堵住，再次称量（精确至 0.000 1 g），两次称量之差即为试样的质量。在三角烧瓶中加入甲基红指示液（2~3）滴，用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色即为终点。

3.3.2.2.4 结果计算

总碱度（以主组分计）的质量分数 w_5 ，按式（5）计算：

$$w_5 = \frac{V \times c \times M}{1\,000 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

V —— 试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c —— 盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m —— 试样的质量，单位为克（g）；

M —— 主组分的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[$M=31.06$ （一甲胺）、 $M=45.08$ （二甲胺）、 $M=59.11$ （三甲胺）]。

3.3.2.3 杂质组分含量的测定

3.3.2.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱工作条件下，试样经汽化通过色谱柱，使其中的各组分分离。校正面积归一化法定量结果乘以总碱度为杂质含量。

3.3.2.3.2 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 1 和表 2。各组分测定的典型色谱图见附录 B 中图 B.4~B.6 和附录 C 中图 C.1~C.6，各组分相对保留值见附录 B 中表 B.2、附录 C 中表 C.1 和 C.2。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

3.3.2.3.3 分析步骤

根据仪器说明书，调节仪器至表 1 和表 2 所示的操作条件，待仪器稳定后，注入甲胺水溶液试样进行测定。根据各组分色谱峰面积和其校正因子定量。

校正因子的测定见附录 B 中 B.3 和附录 C 中的 C.3。

3.3.2.3.4 结果计算

杂质组分的质量分数 w_i ,按式(6)计算:

$$w_i = \frac{w_5 \times A_i \times f_i}{\sum A_i \times f_i} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- w_5 ——3.3.2.2 中测得的试样的总碱度;
- A_i ——除水以外其他杂质组分 i 的峰面积;
- f_i ——除水以外其他杂质组分 i 的相对校正因子。

氨的质量分数 w_6 ,按 3.2.3 的方法进行测定时,按式(7)计算:

$$w_6 = A \times f \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- A ——氨组分的峰面积;
- f ——氨的校正因子。

3.3.2.4 主组分含量的计算

一甲胺、二甲胺、三甲胺水溶液中主组分的质量分数分别为 w_M 、 w_D 和 w_T ,按式(8)、(9)和式(10)计算:

$$w_M = w_5 - \sum w_i \times \frac{31.06}{M_i} \dots\dots\dots(8)$$

$$w_D = w_5 - \sum w_i \times \frac{45.08}{M_i} \dots\dots\dots(9)$$

$$w_T = w_5 - \sum w_i \times \frac{59.11}{M_i} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- w_5 ——3.3.2.2 中测得的试样总碱度;
- w_i ——3.3.2.3 中测得的碱性杂质组分的质量分数;
- M_i ——试样中碱性杂质组分的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M=31.06$ (一甲胺)、 $M=45.08$ (二甲胺)、 $M=59.11$ (三甲胺)、 $M=17.03$ (氨)、 $M=59.11$ (N-乙基甲胺)、 $M=73.14$ (N,N-二甲基乙胺)]。

注: 甲醇、水为非碱性杂质,不参与计算。

3.3.3 重复性

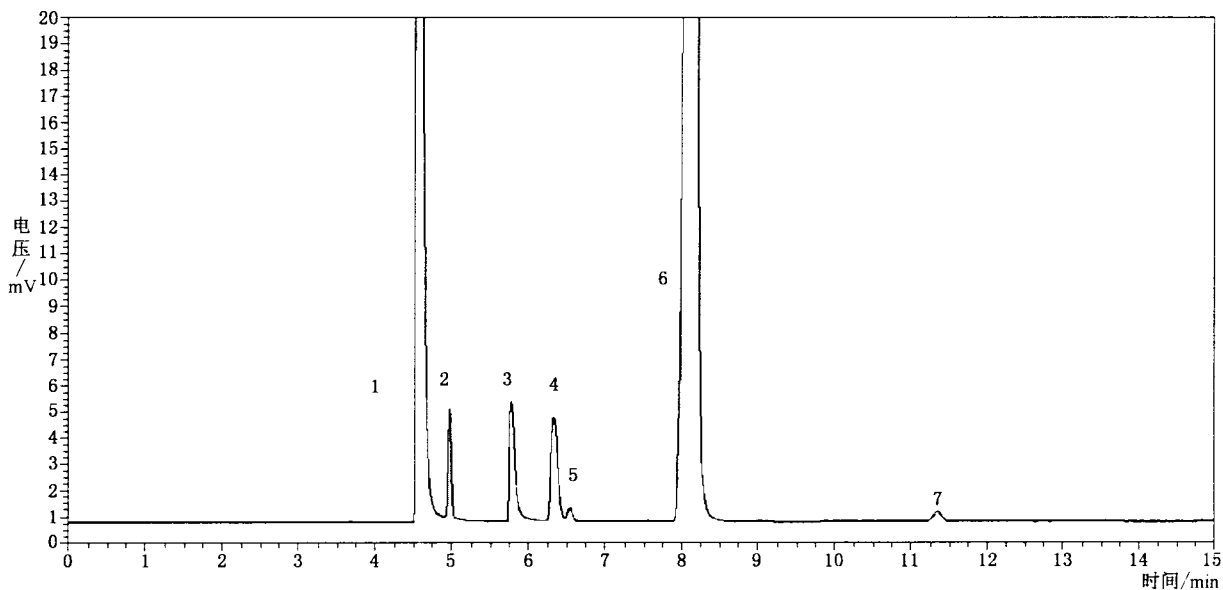
取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值,主组分不大于 0.20%,杂质组分不大于 0.008%。

附 录 A
(资料性附录)

甲胺各组分含量测定的典型色谱图、各组分保留值和校正因子的测定方法

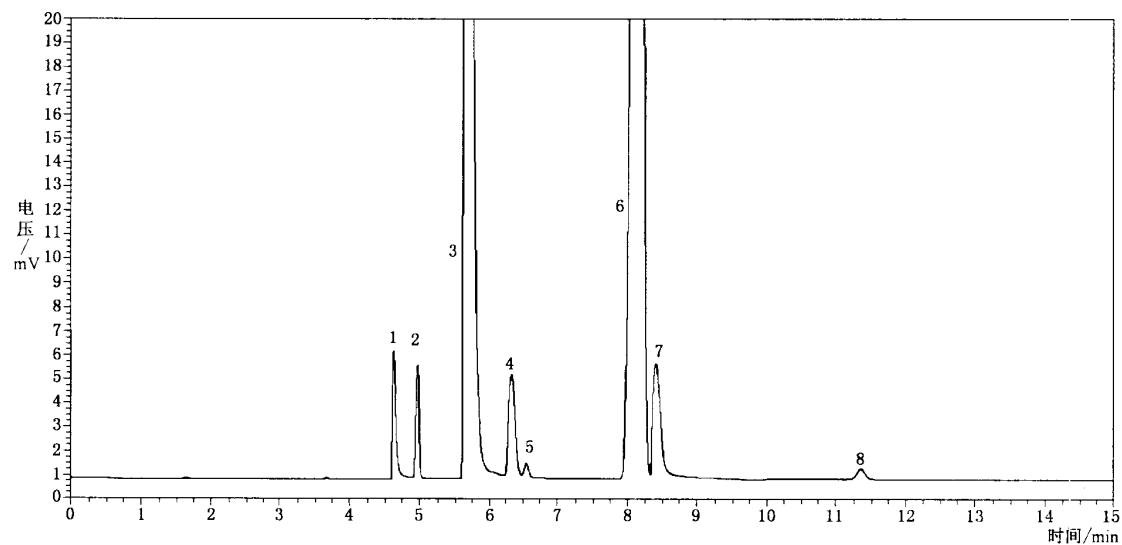
A.1 甲胺中各组分含量测定的典型色谱图

A.1.1 采用氢火焰离子化检测器测定甲胺各组分含量的典型色谱图见图 A.1~A.3。



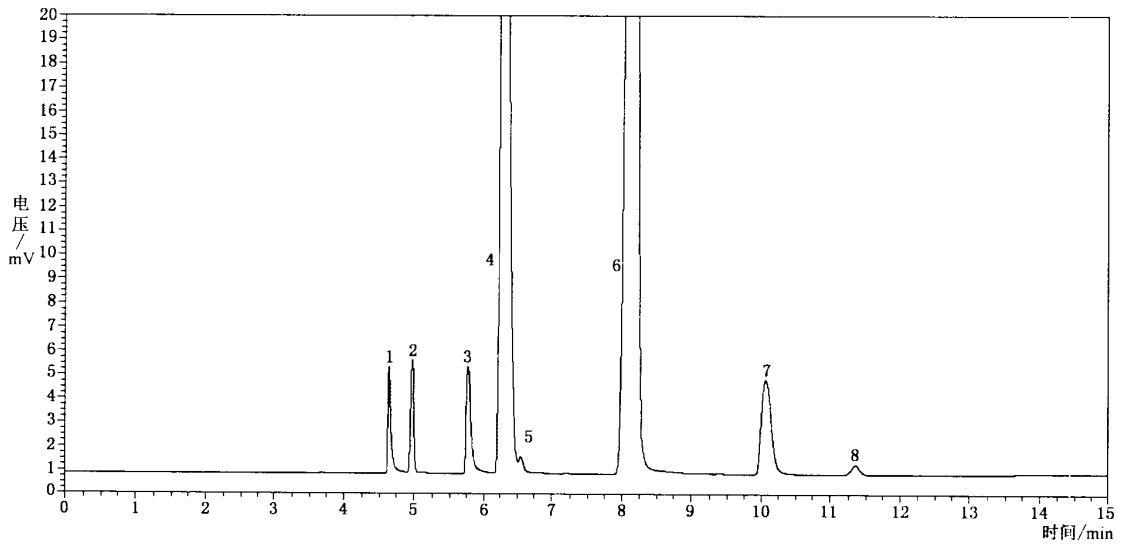
- 说明：
- 1——一甲胺；
 - 2——甲醇；
 - 3——二甲胺；
 - 4——三甲胺；
 - 5——异丙醇杂峰 1；
 - 6——异丙醇；
 - 7——异丙醇杂峰 2。

图 A.1 采用氢火焰离子化检测器测定一甲胺中各组分含量的典型色谱图



说明：
1——一甲胺；
2——甲醇；
3——二甲胺；
4——三甲胺；
5——异丙醇杂峰 1；
6——异丙醇；
7——N-乙基甲胺；
8——异丙醇杂峰 2。

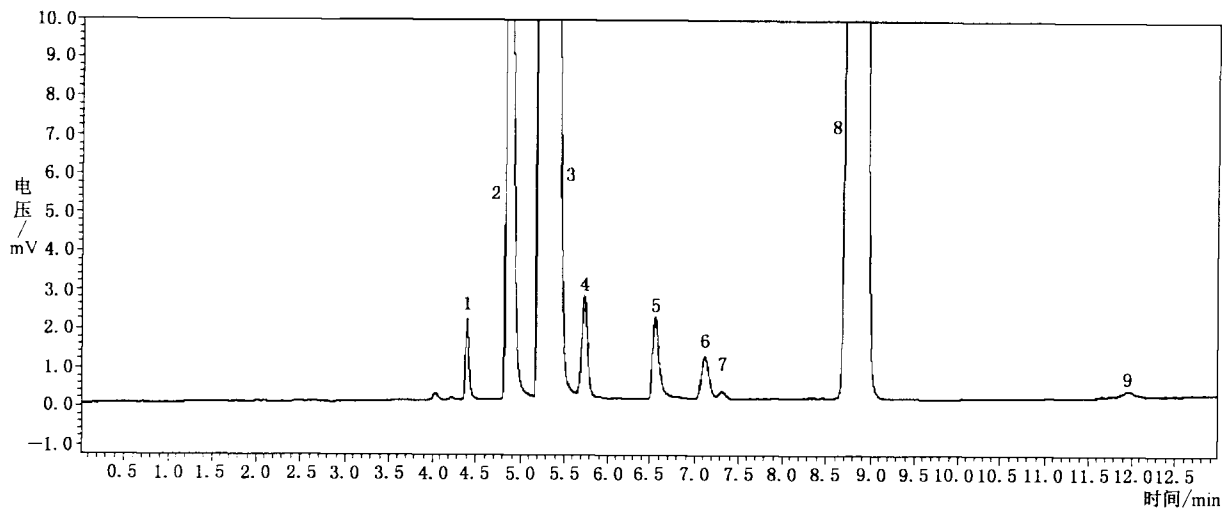
图 A.2 采用火焰离子化检测器测定二甲胺中各组分含量的典型色谱图



说明：
1——一甲胺；
2——甲醇；
3——二甲胺；
4——三甲胺；
5——异丙醇杂峰 1；
6——异丙醇；
7——N,N-二甲基乙胺；
8——异丙醇杂峰 2。

图 A.3 采用火焰离子化检测器测定三甲胺中各组分含量的典型色谱图

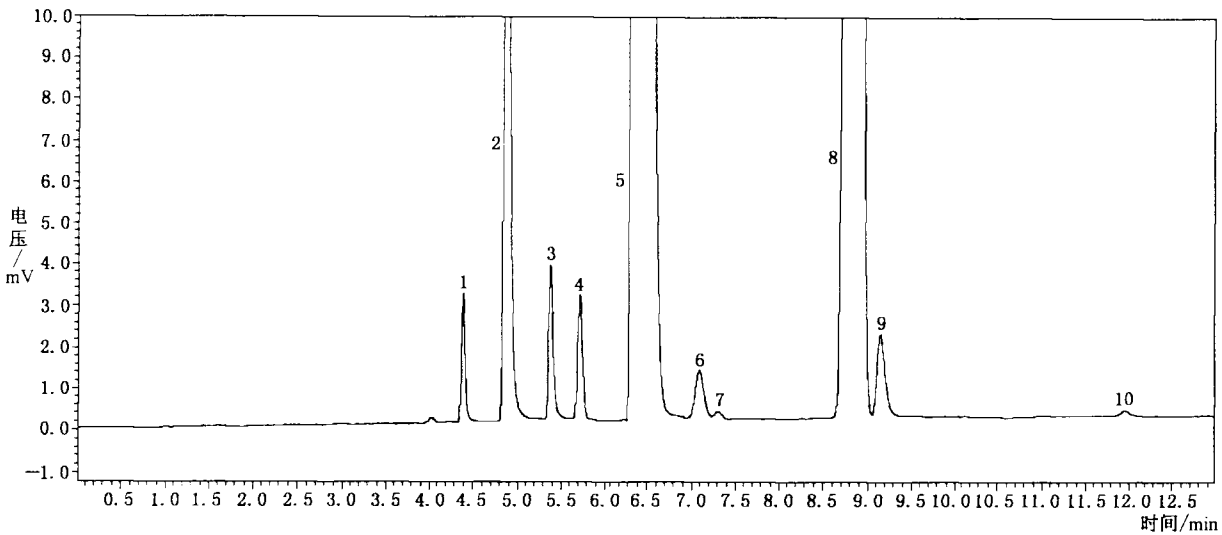
A.1.2 采用热导池检测器测定甲胺中各组分含量的典型色谱图见图 A.4~A.6。



说明：

- | | |
|---------|-------------|
| 1——氨； | 6——三甲胺； |
| 2——水； | 7——异丙醇杂峰 1； |
| 3——一甲胺； | 8——异丙醇； |
| 4——甲醇； | 9——异丙醇杂峰 2。 |
| 5——二甲胺； | |

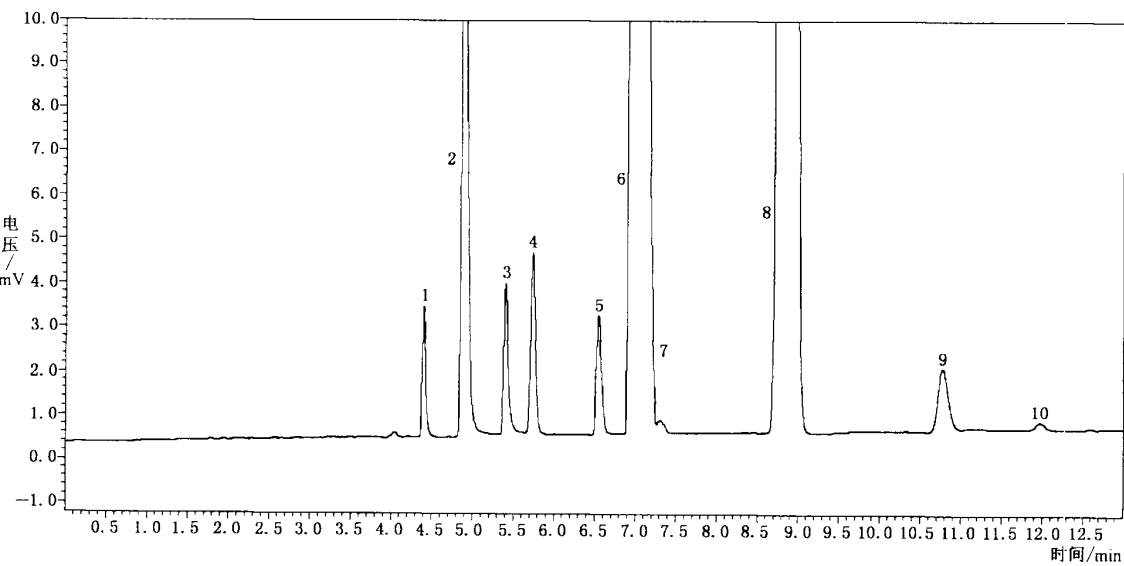
图 A.4 采用热导池检测器测定一甲胺中各组分含量的典型色谱图



说明：

- | | |
|---------|---------------|
| 1——氨； | 6 —— 三甲胺； |
| 2——水； | 7 —— 异丙醇杂峰 1； |
| 3——一甲胺； | 8 —— 异丙醇； |
| 4——甲醇； | 9 —— N-乙基甲胺； |
| 5——二甲胺； | 10—— 异丙醇杂峰 2。 |

图 A.5 采用热导池检测器测定二甲胺中各组分含量的典型色谱图



- 说明：
- 1 —— 氨；
 - 2 —— 水；
 - 3 —— 一甲胺；
 - 4 —— 甲醇；
 - 5 —— 二甲胺；
 - 6 —— 三甲胺；
 - 7 —— 异丙醇杂峰 1；
 - 8 —— 异丙醇；
 - 9 —— N,N-二甲基乙胺；
 - 10 —— 异丙醇杂峰 2。

图 A.6 采用热导池检测器测定三甲胺中各组分含量的典型色谱图

A.2 各组分保留时间

在规定的色谱条件下,甲胺中各组分的保留时间见表 A.1、A.2。

表 A.1 甲胺各组分在氢火焰离子化检测器上的保留时间

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
1	一甲胺	4.55	4.65	4.65
2	甲醇	4.98	4.99	4.99
3	二甲胺	5.79	5.68	5.68
4	三甲胺	6.35	6.34	6.19
5	异丙醇杂峰 1	6.55	6.56	6.56
6	异丙醇	8.16	8.17	8.17

表 A.1 (续)

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
7	<i>N</i> -乙基甲胺	—	8.42	—
8	<i>N,N</i> -二甲基乙胺	—	—	10.06
9	异丙醇杂峰 2	11.36	11.37	11.36

表 A.2 甲胺各组分在热导池检测器上的保留时间

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
1	氨	4.41	4.40	4.40
2	水	4.86	4.87	4.88
3	一甲胺	5.22	5.39	5.40
4	甲醇	5.74	5.72	5.74
5	二甲胺	6.56	6.32	6.54
6	三甲胺	7.13	7.10	6.94
7	异丙醇杂峰 1	7.32	7.31	7.30
8	异丙醇	8.81	8.80	8.82
9	<i>N</i> -乙基甲胺	—	9.16	—
10	<i>N,N</i> -二甲基乙胺	—	—	10.77
11	异丙醇杂峰 2	11.96	11.96	11.96

A.3 校正因子的测定

A.3.1 标准品

- A.3.1.1 一甲胺的异丙醇溶液:已知质量分数,按 3.2.1 的步骤配制。
- A.3.1.2 二甲胺的异丙醇溶液:已知质量分数,按 3.2.1 的步骤配制。
- A.3.1.3 三甲胺的异丙醇溶液:已知质量分数,按 3.2.1 的步骤配制。
- A.3.1.4 氨水:已知质量分数。
- A.3.1.5 *N*-乙基甲胺。
- A.3.1.6 *N,N*-二甲基乙胺。
- A.3.1.7 甲醇。

A.3.2 分析步骤

用准确称量的方法,在具塞玻璃瓶中依次加入 A.3.1 中的标准品,配制成与样品中各组分含量相近的校准用试液,充分摇匀。以上称量均精确至 0.000 1 g。加入的标准品中若存在其他干扰杂质时,应扣除本底予以修正。

在与测定样品相同的色谱操作条件下进行测定。

A.3.3 相对校正因子的计算

各杂质组分的相对校正因子 f_i ,按式(A.1)计算:

$$f_i = \frac{A_s w_i}{A_i w_s} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- A_s ——校准用试液中主组分的峰面积;
- A_i ——校准用试液中组分 i 的峰面积;
- w_s ——校准用试液中主组分的质量分数;
- w_i ——校准用试液中组分 i 的质量分数。

A.4 校正因子的定期测定

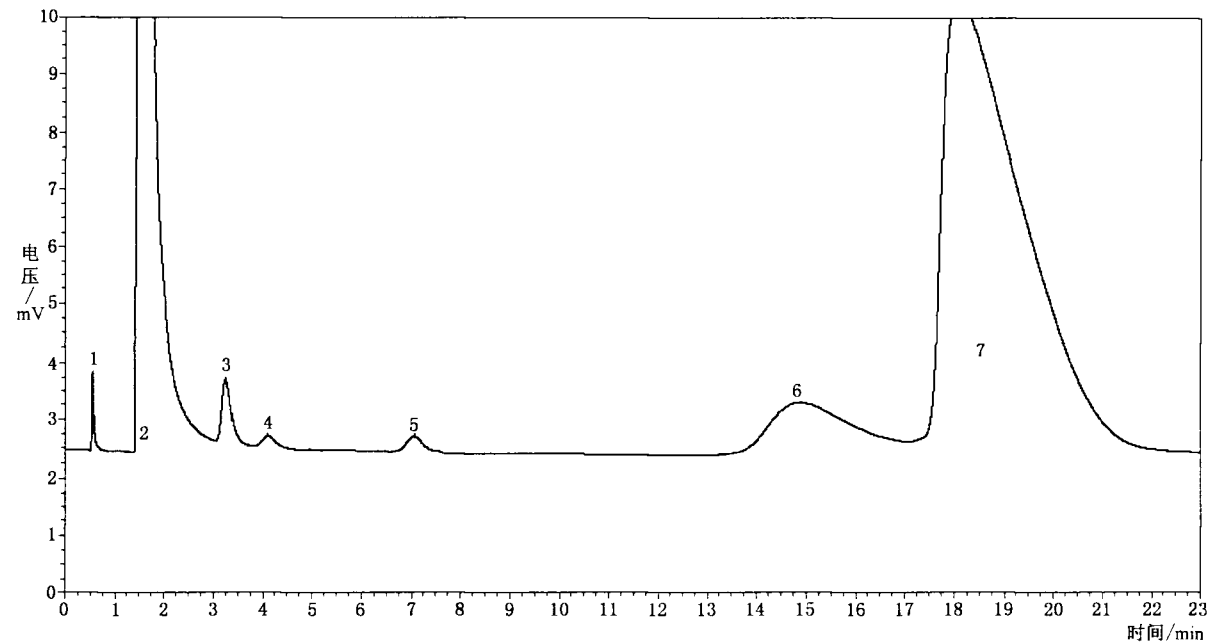
校正因子应实际测定,并应定期进行校验。

附录 B
(资料性附录)

氨含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值和校正因子的测定方法

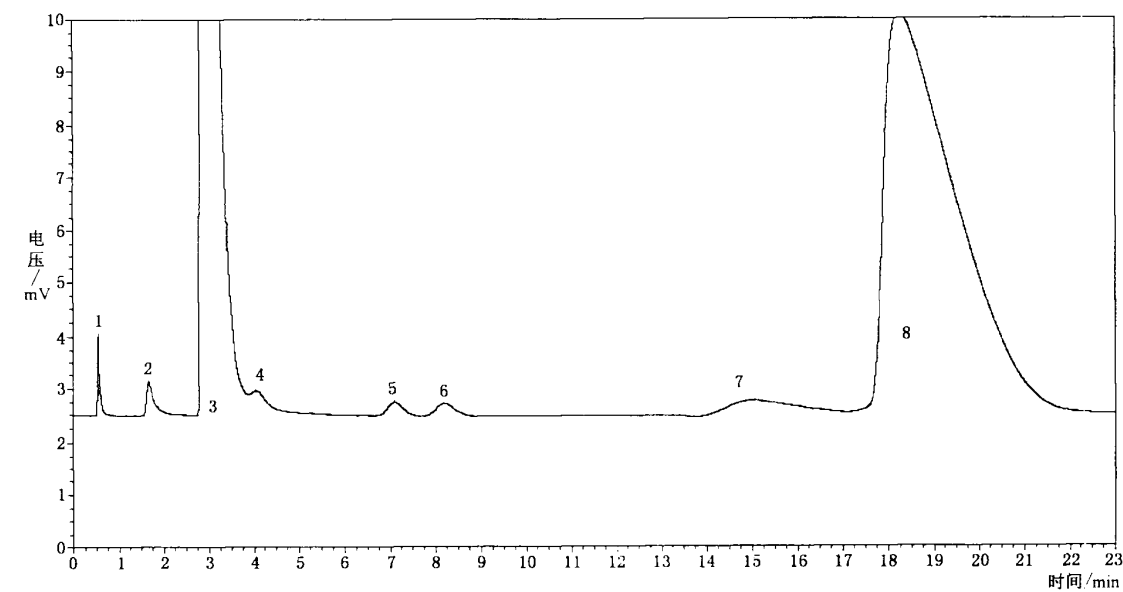
B.1 氨含量测定的典型色谱图

B.1.1 甲胺中氨含量测定的典型色谱图见图 B.1~B.3。



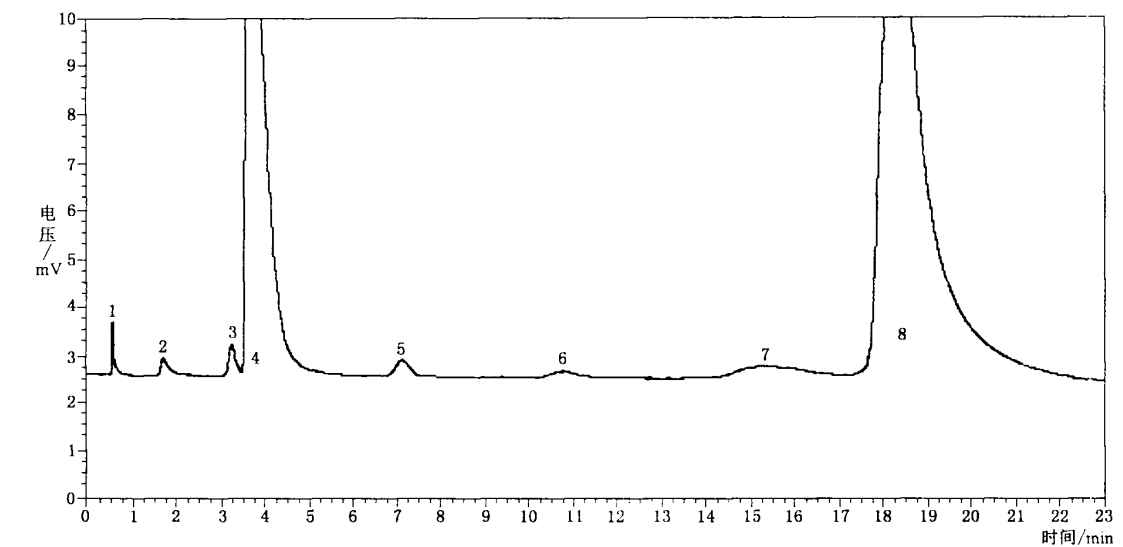
- 说明：
- 1——氨；
 - 2——一甲胺；
 - 3——二甲胺；
 - 4——三甲胺；
 - 5——甲醇；
 - 6——水；
 - 7——异丙醇。

图 B.1 测定一甲胺中氨含量的典型色谱图



- 说明：
- | | |
|---------|------------|
| 1——氨； | 5——甲醇； |
| 2——一甲胺； | 6——N-乙基甲胺； |
| 3——二甲胺； | 7——水； |
| 4——三甲胺； | 8——异丙醇。 |

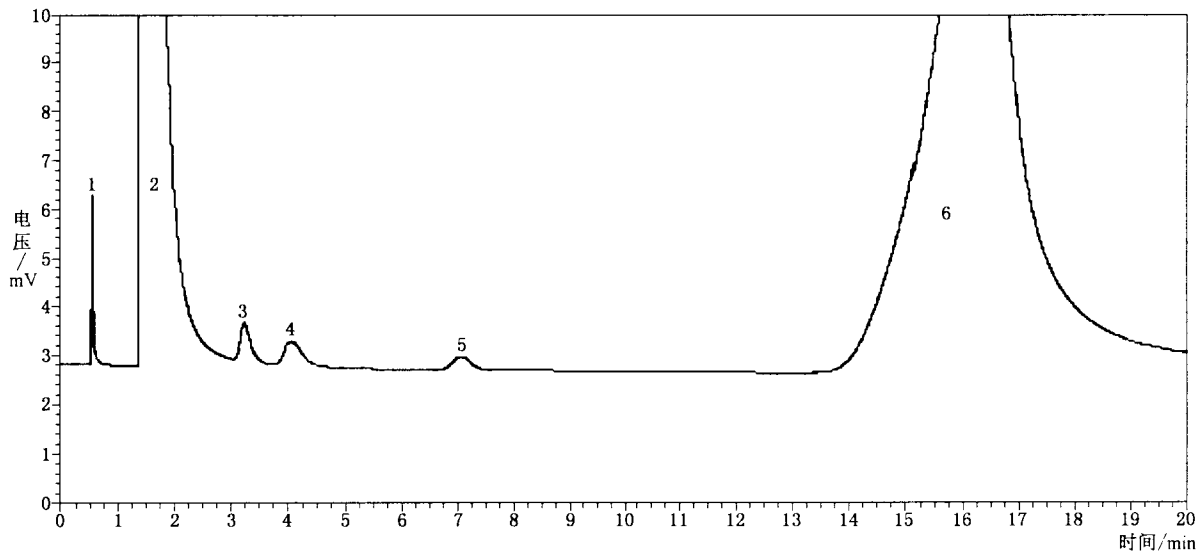
图 B.2 测定二甲胺中氨含量的典型色谱图



- 说明：
- | | |
|---------|---------------|
| 1——氨； | 5——甲醇； |
| 2——一甲胺； | 6——N,N-二甲基乙胺； |
| 3——二甲胺； | 7——水； |
| 4——三甲胺； | 8——异丙醇。 |

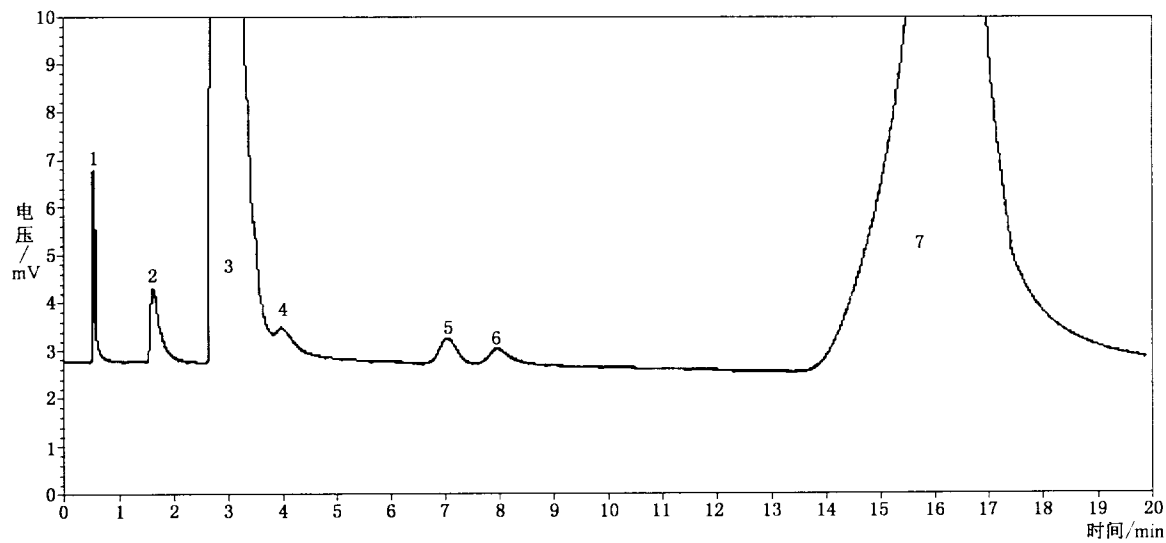
图 B.3 测定三甲胺中氨含量的典型色谱图

B.1.2 甲胺水溶液氨含量测定的典型色谱图见图 B.4~B.6。



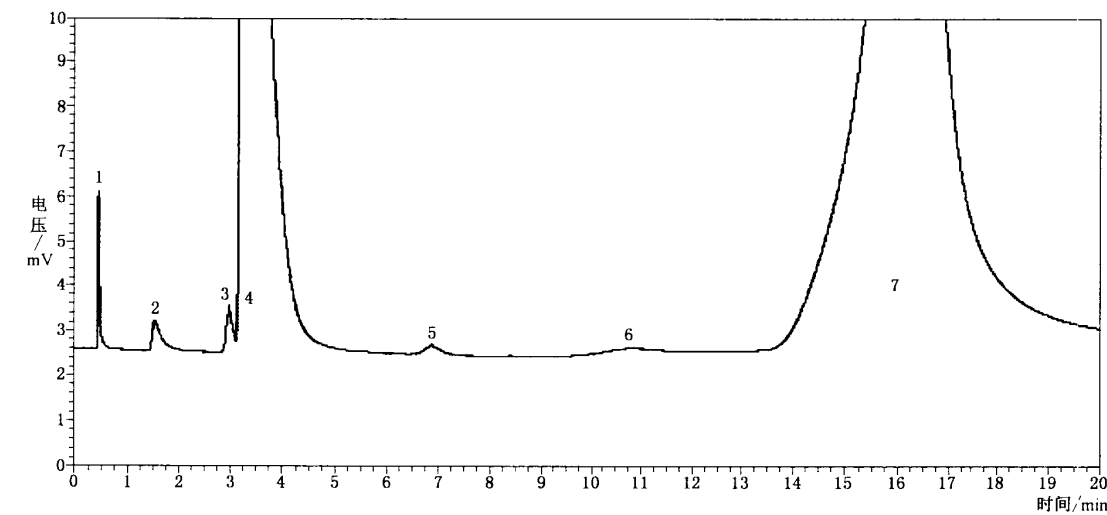
说明：
1——氨；
2——一甲胺；
3——二甲胺；
4——三甲胺；
5——甲醇；
6——水。

图 B.4 测定一甲胺水溶液中氨含量的典型色谱图



说明：
1——氨；
2——一甲胺；
3——二甲胺；
4——三甲胺；
5——甲醇；
6——N-乙基甲胺；
7——水。

图 B.5 测定二甲胺水溶液中氨含量的典型色谱图



说明：
1——氨；
2——一甲胺；
3——二甲胺；
4——三甲胺；
5——甲醇；
6——*N,N*-二甲基乙胺；
7——水。

图 B.6 测定三甲胺水溶液中氨含量的典型色谱图

B.2 各组分保留时间

B.2.1 在规定的色谱条件下，甲胺中各组分的保留时间见表 B.1。

表 B.1 甲胺中氨测定在热导池检测器上的保留时间

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
1	氨	0.54	0.54	0.54
2	一甲胺	1.50	1.66	1.68
3	二甲胺	3.25	2.67	3.25
4	三甲胺	4.09	4.04	3.64
5	甲醇	7.05	7.08	7.11
6	<i>N</i> -乙基甲胺	—	8.17	—
7	<i>N,N</i> -二甲基乙胺	—	—	10.77
8	水	14.90	15.05	15.32
9	异丙醇	18.07	18.25	18.27

B.2.2 在规定的色谱条件下,甲胺水溶液中各组分的保留时间见表 B.2。

表 B.2 甲胺水溶液中氨测定在热导池检测器上的保留时间

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
1	氨	0.53	0.52	0.52
2	一甲胺	1.44	1.662	1.63
3	二甲胺	3.25	2.72	3.20
4	三甲胺	4.07	3.93	3.38
5	甲醇	7.08	7.02	7.04
6	N-乙基甲胺	—	7.93	—
7	N,N-二甲基乙胺	—	—	10.80
8	水	16.26	16.27	16.30

B.3 氨的校正因子的测定

B.3.1 分析步骤

按附录 A 中 A.3.2 配制的校准用试液用于甲胺中氨的校正因子测定。按附录 C 中 C.3.2 配制的校准用试液用于甲胺水溶液中氨的校正因子的测定。

在与氨含量的测定相同的试验条件下进行测定。

B.3.2 校正因子的计算

氨的校正因子 f ,按式(B.1)计算。

$$f = \frac{w_{\text{氨}}}{A_{\text{氨}}}$$

.....(B.1)

式中:

$w_{\text{氨}}$ ——校准用试液中氨的质量分数;

$A_{\text{氨}}$ ——校准用试液中氨的峰面积。

B.4 校正因子的定期测定

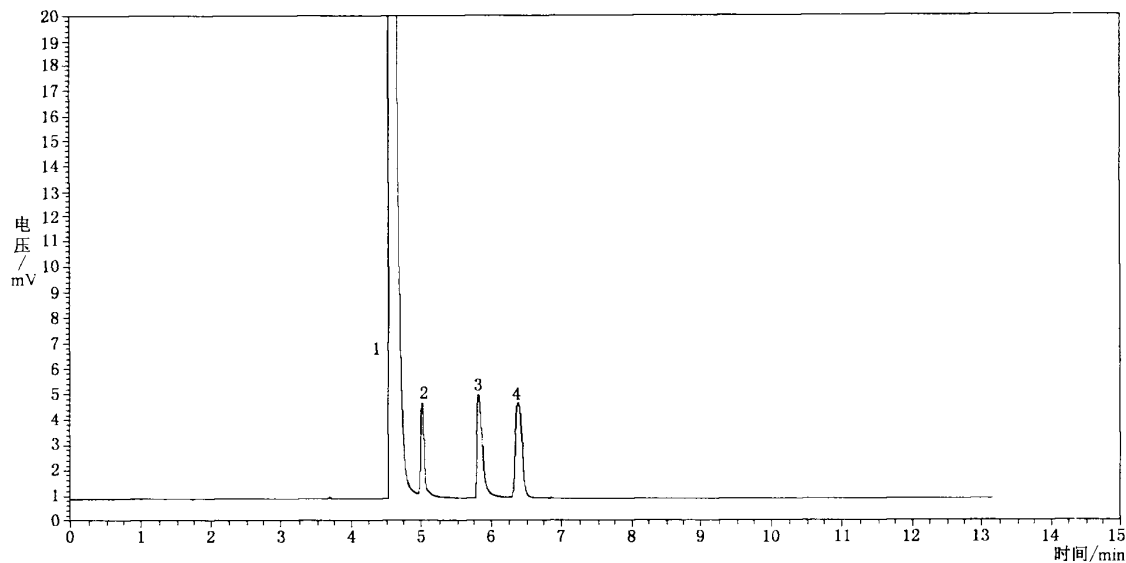
校正因子应实际测定,并应定期进行校验。

附 录 C
(资料性附录)

甲胺水溶液杂质组分含量测定的典型色谱图、各组分保留值和校正因子的测定方法

C.1 甲胺水溶液中杂质组分含量测定的典型色谱图

C.1.1 采用火焰离子化器测定甲胺水溶液杂胺含量的典型色谱图见图 C.1~C.3。



说明：

- 1——一甲胺；
- 2——甲醇；
- 3——二甲胺；
- 4——三甲胺。

图 C.1 采用火焰离子化检测器测定一甲胺水溶液杂胺含量的典型色谱图

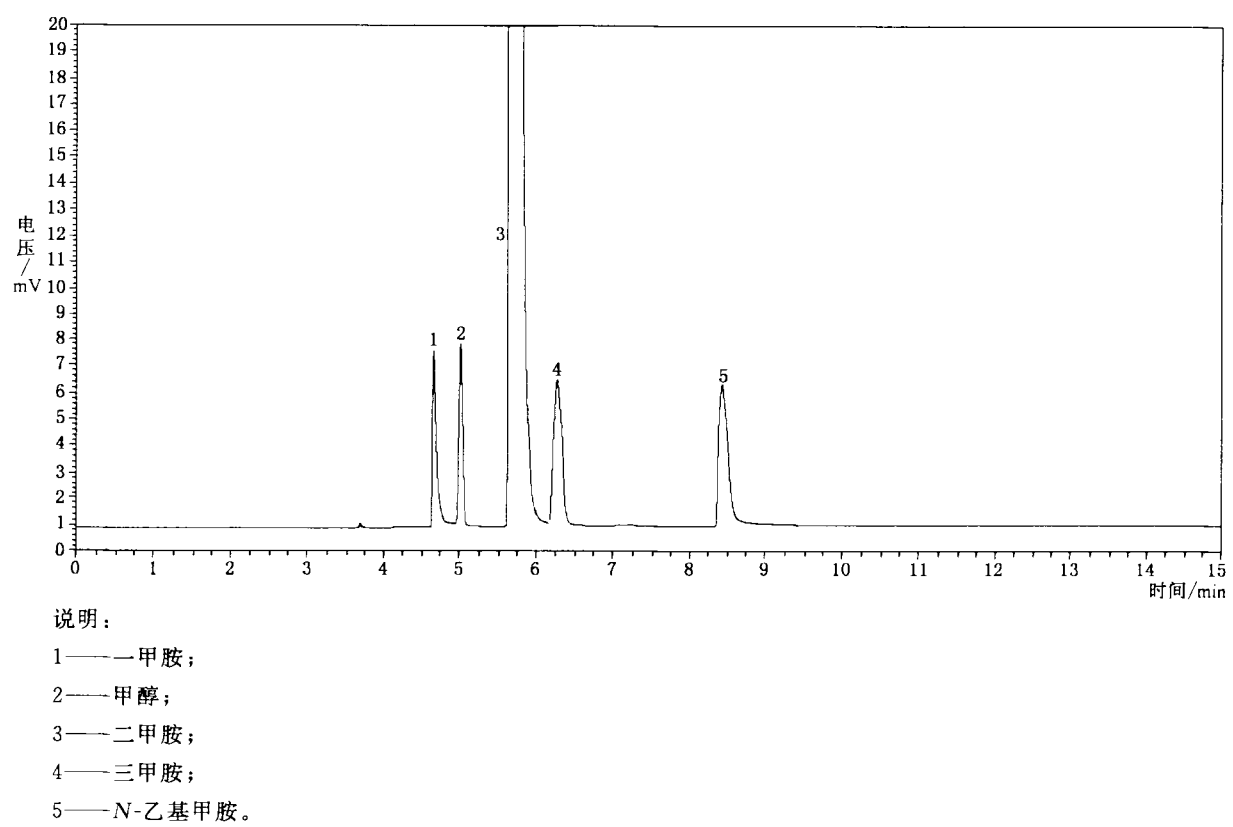


图 C.2 采用火焰离子化检测器测定二甲胺水溶液杂胺含量的典型色谱图

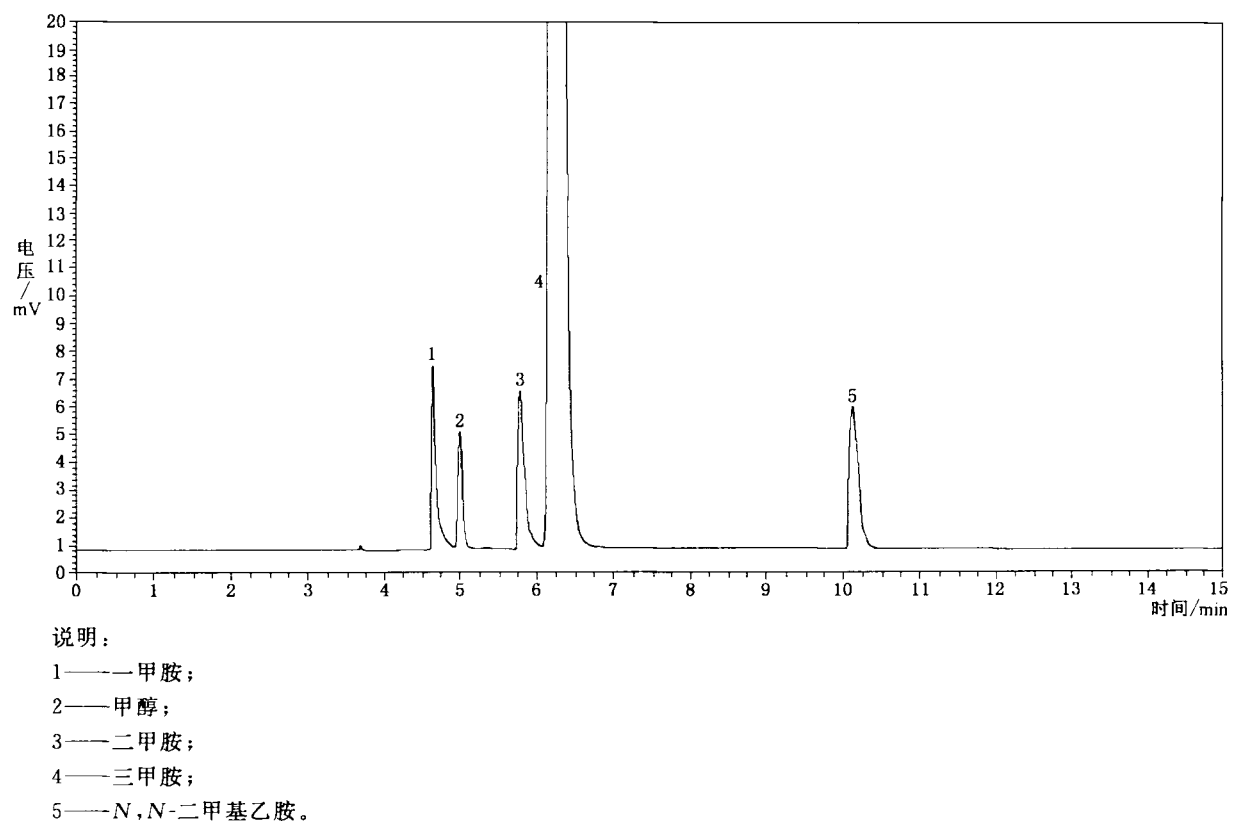
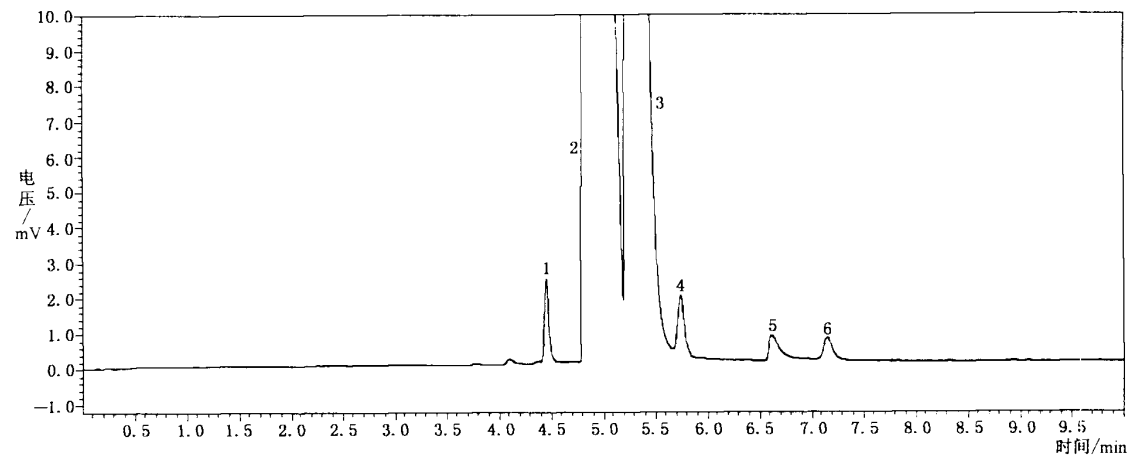


图 C.3 采用火焰离子化检测器测定三甲胺水溶液杂胺含量的典型色谱图

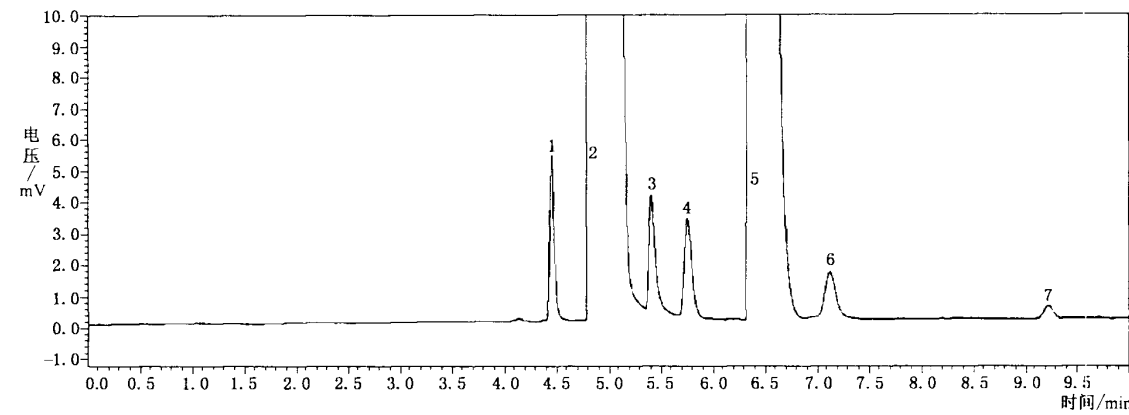
C.1.2 采用热导池检测器测定甲胺水溶液中杂质含量的典型色谱图见图 C.4~C.6。



说明：

- 1——氨；
- 2——水；
- 3——一甲胺；
- 4——甲醇；
- 5——二甲胺；
- 6——三甲胺。

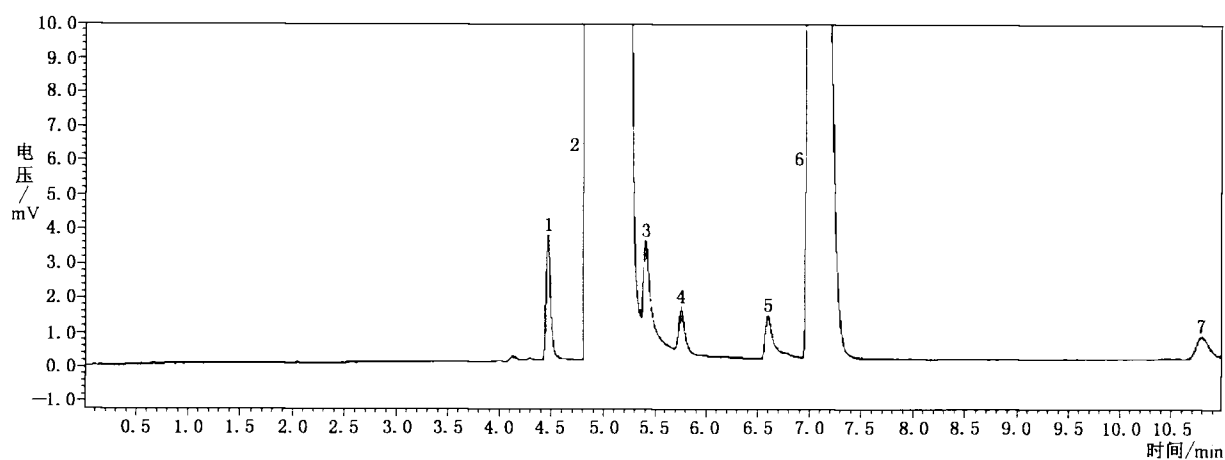
图 C.4 采用热导池检测器测定一甲胺水溶液中的杂质含量的典型色谱图



说明：

- 1——氨；
- 2——水；
- 3——甲醇；
- 4——甲胺；
- 5——二甲胺；
- 6——三甲胺；
- 7——N-乙基甲胺。

图 C.5 采用热导池检测器测定二甲胺水溶液中的杂质含量的典型色谱图



说明:

1—氨；

2——水；

3——二甲胺；

4——甲醇；

5——二甲胺：

6——三甲胺；

7——*N,N*-二甲基乙胺。

图 C.6 采用热导池检测器测定三甲胺水溶液中的杂质含量的典型色谱图

C.2 各组分保留时间

在规定的色谱条件下,甲胺水溶液中各组分的保留时间见表 C.1、C.2。

表 C.1 甲胺水溶液中各组分在氢火焰离子化检测器上的保留时间

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
1	一甲胺	4.55	4.65	4.65
2	甲醇	4.98	4.99	4.99
3	二甲胺	5.79	5.68	5.68
4	三甲胺	6.35	6.34	6.19
5	N-乙基甲胺	—	8.42	—
6	N,N-二甲基乙胺	—	—	10.06

表 C.2 甲胺水溶液各组分在热导池检测器上的保留时间

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
1	氨	4.45	4.45	4.47
2	水	4.87	4.83	4.86
3	一甲胺	5.21	5.41	5.40
4	甲醇	5.74	5.75	5.75

表 C.2 (续)

序 号	组分名称	保留时间/min		
		一甲胺	二甲胺	三甲胺
5	二甲胺	6.62	6.36	6.59
6	三甲胺	7.15	7.12	7.00
7	N-乙基甲胺	—	9.13	—
8	N,N-二甲基乙胺	—	—	10.80

C.3 校正因子的测定

C.3.1 标准品

- C.3.1.1 一甲胺的水溶液:已知质量分数。
- C.3.1.2 二甲胺的水溶液:已知质量分数。
- C.3.1.3 三甲胺的水溶液:已知质量分数。
- C.3.1.4 其余标准品同附录 A 中 A.3.1.4~A.3.1.7。

C.3.2 分析步骤

用准确称量的方法,在具塞玻璃瓶中依次加入 C.3.1 中的标准品,配制成与样品中各组分含量相近的校准用试液,充分摇匀。以上称量均精确至 0.000 1 g。加入的标准品中若存在其他干扰杂质时,应扣除本底予以修正。

在与测定样品相同的色谱操作条件下进行测定。

C.3.3 相对校正因子的计算

各杂质组分的相对校正因子 f_i ,按式(C.1)计算:

$$f_i = \frac{A_s w_i}{A_i w_s}$$

.....(C.1)

式中:

- A_s ——校准用试液中主组分的峰面积;
- A_i ——校准用试液中组分 i 的峰面积;
- w_s ——校准用试液中主组分的质量分数;
- w_i ——校准用标准溶液中组分 i 的质量分数。

C.4 校正因子的定期测定

校正因子应实际测定,并应定期进行校验。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用甲胺和甲胺水溶液试验方法
GB/T 30303—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 46 千字
2014年5月第一版 2014年5月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-48946 定价 27.00 元



GB/T 30303—2013

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107