

$$f_i = \frac{m_i A_m}{m_m A_i} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积；

A_m ——1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)的峰面积；

m_i ——校准混合物中组分 i 的质量分数,以%表示；

m_m ——校准混合物中1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)的质量分数,以%表示。

各组分相对质量校正因子应实际测定,并应定期进行校验。

GB/T 28608—2012

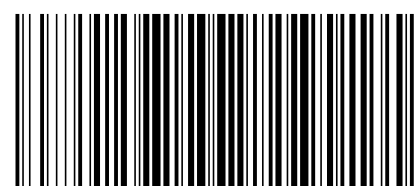


中华人民共和国国家标准

GB/T 28608—2012

工业用 1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)

1-Oxa-4-azacyclohexane (Morpholine) for industrial use



GB/T 28608-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-45641

定价: 16.00 元

2012-06-29 发布

2012-12-01 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

表 A.1 各组分相对保留值和相对质量校正因子

序号	组分名称	相对保留时间	相对质量校正因子参考值
1	空气	0.000	—
2	氨	0.059	0.48
3	水	0.709	0.61
4	未知物	1.708	0.96
5	N-甲基吗啉	2.172	1.04
6	乙二醇单甲醚	2.417	0.85
7	1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)	3.047	1.00
8	N-乙基吗啉	3.650	1.18

A.3 相对质量校正因子的测定

A.3.1 方法提要

在各组分的线性范围内,以1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)为底液,用标准加入法分别加入待测组分的标准样品,计算各组分加入的质量分数,进行色谱分析,计算相对质量校正因子。

A.3.2 试剂

A.3.2.1 1,4-氧氮杂环己烷(吗啉):质量分数大于99.5%。

A.3.2.2 水:不含氨和二氧化碳。

A.3.2.3 校准用标准物质:乙二醇单甲醚、N-甲基吗啉、N-乙基吗啉等。

A.3.2.4 氨标准溶液:质量浓度与待测试样中氨组分的浓度接近(现用现配)。

用水(A.3.2.2)稀释氨水,得到约1%的氨水。用移液管吸取1%氨水50.00 mL,用1 mol/L盐酸标准滴定溶液滴定至pH值为4.5为终点,计算该氨水质量分数。再用水将氨水稀释至所需浓度。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 在50 mL容量瓶中,用称量法配制1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)(A.3.2.1)加欲测杂质和适量水的校准混合物。各组分的称量精确至0.000 1 g,各组分含量的质量分数计算精确至0.001%。所配制的校准混合物杂质含量应与待测试样相近。其中水分按GB/T 6283的规定测定(称样量不小于2 g)。

用于配制校准混合物的1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)(A.3.2.1)中被测杂质组分含量大于0.001%时,校准混合物中的被测杂质组分含量应予以修正。

A.3.3.2 在与测定样品相同的色谱操作条件下,将配制的校准混合物进行色谱分析。平行测定3次,取3次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。依据峰面积和对应的组分含量,计算相对质量校正因子 f_i 。

A.3.4 相对质量校正因子的计算

各组分相对1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)的质量校正因子 f_i 按式(A.1)计算:

中华人民共和国
国家标准
工业用1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)

GB/T 28608—2012

*

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(100013)
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 0.75 字数 17 千字
2012年11月第一版 2012年11月第一次印刷

*

书号:155066·1-45641 定价 16.00 元

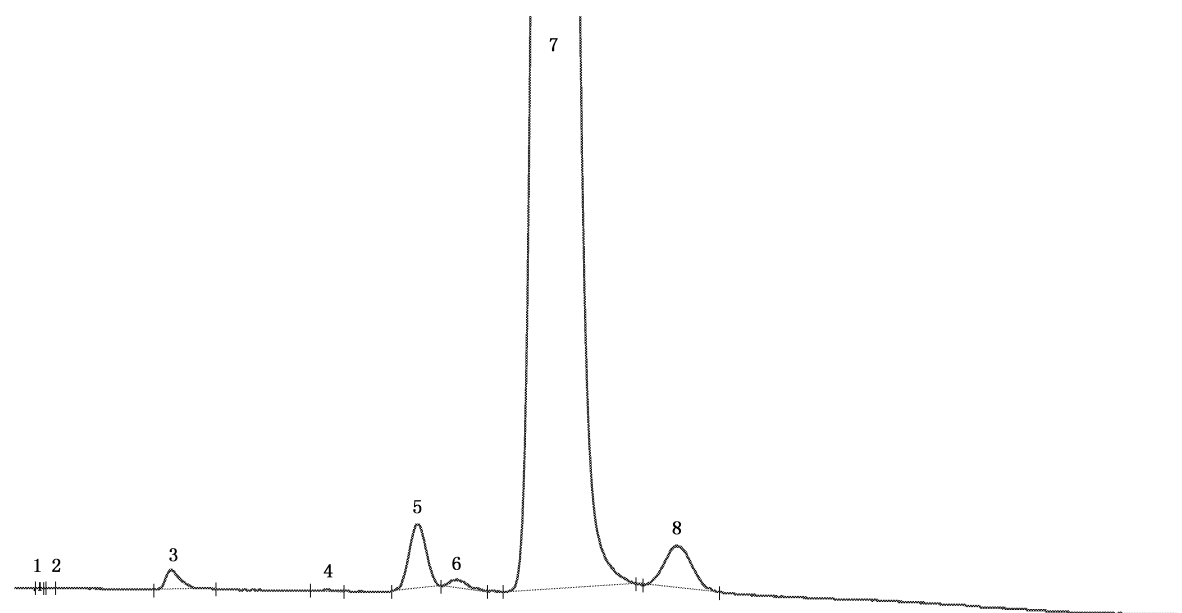
如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

附录 A
(规范性附录)

1,4-氧氮杂环己烷及杂质含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值、
相对质量校正因子的测定方法

A.1 1,4-氧氮杂环己烷及杂质含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1—空气；
2—氨；
3—水；
4—未知物；
5—N-甲基吗啉；
6—乙二醇单甲醚；
7—1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)；
8—N-乙基吗啉。

图 A.1 1,4-氧氮杂环己烷及杂质含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值和相对质量校正因子

各组分相对保留值和相对质量校正因子见表 A.1。

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位：安徽昊源化工集团有限公司、中国石油吉林石化公司研究院、辽阳石油化纤公司英华化工厂。

本标准主要起草人：石占崇、凡殿才、田振生、戴登科、吴珍汉、刘长清、张红艳、李志军、付斌。