

# QJ

中国航天工业总公司航天工业行业标准

QJ 2838.1~2838.2-96

---

## 甲基胍纯度和水分分析方法

1996—04—19 发布

1996—11—30 实施

---

中国航天工业总公司 发布

甲基肼纯度和水分分析方法  
甲基肼水分气相色谱分析方法(外标法)

---

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法(外标法)分析甲基肼水分的试剂、仪器设备、分析步骤和分析结果的表述。

本标准适用于甲基肼贮存性能、材料相容性、物化性能、安全性能试验以及液体火箭发动机地面试验的水分分析。

2 引用标准

- GB 4946 气相色谱法术语
- GB 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GJB 1963 甲基肼规范

3 试剂和材料

- a. 氢气,纯度不低于 99.9% ;
- b. 甲基肼(GJB 1963);
- c. 氮气,纯度不低于 99.8% ;
- d. GDX - 403 或 GDX - 401 固定相[(GF3WO, 224/0.090 ~ 0.300/0.125)GB 5330-85, (60~80 目)];
- e. 玻璃纤维。

4 仪器和设备

- a. 一般实验室仪器设备;
- b. 气相色谱仪, SQ - 203 型, 或其它符合 GB 9722 要求的具有热导检测器的气相色谱仪, 不锈钢色谱柱;
- c. 注射器; 10 $\mu$ L;
- d. 电位差计, 量程 1mV;
- e. 真空泵。

## 5 色谱操作条件

- a. 色谱柱:柱长 2m,内径 3mm;
- b. 载气(氢气)流速:100mL/min;
- c. 汽化室温度:160℃;
- d. 检测器温度:150℃;
- e. 柱温:100℃;
- f. 固定相:GDX-403(60~80目);
- g. 进样量:3 $\mu$ L;
- h. 记录仪纸速:5mm/min。

操作者可以根据仪器性能选择最佳操作条件。

## 6 分析步骤

### 6.1 填充色谱柱

将色谱柱一端塞入玻璃纤维后接到真空泵上,色谱柱另一端与玻璃漏斗相连并倾入载体,启动真空泵并用木棒轻轻敲击色谱柱,使固定相装填均匀。装满固定相后,取下玻璃漏斗,用玻璃纤维塞住柱口。

### 6.2 色谱柱老化

将装填固定相的色谱柱置入色谱仪恒温箱中。色谱柱一端与汽化室相连,另一端暂不与检测器入口相连,通入氢气并注意安全排放。在高于色谱柱使用温度 20~30℃ 的温度下,将色谱柱老化 12h。然后将色谱柱出口与检测器入口相连。

### 6.3 调整仪器

按第 5 章规定调整仪器。

### 6.4 标准工作曲线

#### 6.4.1 标准样品

向六个已知其质量并配有翻口胶塞充过氮气的锥形瓶中,分别加入 10mL 甲基肼样品,称量(准确至 0.0001g)。然后用注射器分别向这六个锥形瓶中加入不同量的水(GB 6682),称量(准确至 0.0001g)。则配制成水含量分别为 0、0.20%、0.60%、1.00%、1.20%、1.60% (m/m)的标准样品。

#### 6.4.2 绘制工作曲线

按色谱操作条件,待仪器稳定后,依水含量由低至高的顺序,用微量注射器准确吸取 3 $\mu$ L 标准样品,迅速注入汽化室,停顿 5s 后拔出注射器。每个标准样品重复测定三次,量其峰高,取其平均值作为水峰高度。

以水峰高度为纵坐标,以加入的水含量为横坐标,根据每个标准样品水峰高度平均值及加入的水含量绘制工作曲线,外推到横坐标,平移通过原点,作为工作曲线。

### 6.5 测定

测定条件与绘制工作曲线的条件相同。