

中華民國國家標準

CNS

## 甲基異丁基酮之氣相層析法

總號 5602

類號 K6496

## Analysis of Methyl Isobutyl Ketone by Gas Chromatography

## 1. 適用範圍：

本法應用氣相層析法來測定甲基異丁基酮之純度，除此之外還可測定某些雜質如甲基異丁基甲醇，至於其他雜質（如水與酸），則用其他適當方法測量，而其結果，則可用作校正之用。

## 2. 方法略述：

2.1 一具代表性之樣品被導入氣-液相分配之層析管中，其成分由惰性遞送氣體（Carrier Gas）遞送，經過層析管時，甲基異丁基酮能與雜質〔如丙酮，2-丙醇，戊酮，4-甲基-烯-〔3〕-酮-〔2〕（Mesityl Oxide），甲基異丁基甲醇及數個未經鑑定之化合物〕分離出來，用偵檢器及層析圖記錄測定各分離成分。使用衰減鈕及偵檢器對尖峯面積感應因子來說明層析圖，此外各尖峯面積與總尖峯面積之比就是其相對濃度。水與酸可依 CNS 4088 乙二醇檢驗法來測定，其結果可以用作修正氣相層析法。

## 3. 儀器：

3.1 氣相層析儀：具有熱傳導或火焰離子偵檢器，並須有足夠之靈敏度及能獲知0.01%雜質之穩定度，而信號一雜質比最少為5比1時記錄器之偏轉最少為2mm。作為判斷靈敏度之樣品，其量不要過多，以免超出負荷，致造成尖峯變寬，分離能力失去，留存時間改變及尖峯拖曳。

3.2 層析管：任何足以自雜質中把甲基異丁基酮分離之層析管。可能之雜質有烴類化合物，丙酮，2-丙醇，2-戊酮，3-戊酮，4-甲基-烯-〔3〕-酮-〔2〕，4-甲基-烯-〔3〕-酮-〔2〕之異構物，及甲基異丁基甲醇。表一述及所需之層析管，其他層析管若能提供分離，具有測量波峯之效用而其足以達到第10節所述之準確度者，均可適用。

3.3 樣品導入系統：任何足以把代表性樣品導入層析管系統者均可，可使用微注射器（ $\mu\text{l}$ ）。

3.4 記錄器，全標度（full scale）為5mV（或略少）之記錄電位計，對全標度之感應時間需要二秒（或略少），此外需具有第3.1節所述之足夠靈敏度及穩定度。

## 4. 試劑：

4.1 遞送氣體（Carrier Gas）：需適用於偵檢器。氫氣或氬氣適用於熱傳導偵檢器，而氮氣，氬氣或氬氣則適用於火焰離子偵檢器，遞送氣體純度最少應為99.95mol%。

注意一：若選用氬氣時，操作需特別小心，並需確知整個系統不漏氣，並有適當之流出口。

## 4.2 層析管材料：

4.2.1 液相：選用材料與適用之檢驗工作已列於表1。

4.2.2 固相：材料及試驗篩之大小與適用之檢驗工作已列於表1。

4.2.3 層析管之材料：銅，不銹鋼，鋁均可適用於層析管製作。層析管必須不能與分離物質，樣品及遞送氣體作用，而且層析管內徑各處要一致。

4.3 作校正及鑑定用之標準：標準樣品須包含所有成分，一方面可作留存時間（Retention time）之鑑定，而另一方面當用火焰離子偵檢器時可作樣品定量分析之校正。

## 5. 儀器：

5.1 層析管的製備：沒有一定標準方式，但所完成之層析管須提供所需之分離。液體，支持物及彼此之比例與適用之檢驗工作已列於表1。

注意二：製備層析管之適當方法可依 CNS\_\_\_\_，如須進一步之資料可依 CNS\_\_\_\_。

5.2 層析儀：在層析儀中把層析管安裝妥後，為配合欲分離之物質，須建立操作條件。為使儀器達到平衡（即當儀器中記錄器之基線達到穩定）須等待一段時間。偵檢器之溫度差控制在1°C範圍內，否則導致基線之不穩。

## 6. 校正及標準化：

6.1 校正：選擇適當之層析管溫度及遞送氣體流速務使被分離的物質達到完全解離的目的。利用注射小量已知單一或混合物以測定各成分之留存時間，與甲基異丁基酮之相對留存時間已列於表1。

6.2 標準化：層析圖各尖峯面積作為相對化合物之定量測定。若偵檢器對各成分之感應相同，則相對面積與成分成正比。通常使用火焰偵檢器時，則對各成分之感應就有很大的差別。偵檢器對各成分感應之

(共3頁)

公布日期  
69年5月24日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期  
年 月 日