

ICS 71.080.15

CCS G16

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

2,6-二甲基萘纯度及烃类杂质的测定

气相色谱法

2,6-Dimethylnaphthalene —

Determination of purity and hydrocarbon impurities —

Gas chromatography

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

2,6-二甲基萘纯度及烃类杂质的测定 气相色谱法

警示：本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用气相色谱法测定 2,6-二甲基萘纯度及烃类杂质的含量。

本文件适用于纯度不低于98%（质量分数）的2,6-二甲基萘。2,7-二甲基萘及其他萘类化合物等烃类杂质含量不低于0.002%（质量分数）。由于本文件不能测定所有可能存在的杂质如机械杂质、水等，若需分析2,6-二甲基萘样品的纯度，还需要应用其他的试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

在本文件规定的条件下，将适量试样注入配置氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪，使 2,6-二甲基萘及各有机杂质组分在色谱柱上分离，记录各组分的峰面积，采用校正面积归一化法定量。

5 试剂与材料

5.1 载气

氮气：纯度不低于 99.99%（体积分数），经硅胶及 5A 分子筛干燥，净化。

5.2 辅助气

氮气：纯度不低于 99.99%（体积分数），经硅胶及 5A 分子筛干燥，净化。

5.3 燃烧气

氢气：纯度不低于 99.99%（体积分数），经硅胶及 5A 分子筛干燥，净化。

5.4 助燃气

空气：经硅胶及 5A 分子筛干燥，净化。

警示：上述气体为高压压缩气体或极易燃气体，应注意安全使用。

5.5 试剂

5.5.1 1,3,5-三甲苯：溶剂，纯度不低于 98%（质量分数）。

5.5.2 萘、1-甲基萘、2-甲基萘、2,7-二甲基萘、2,3-二甲基萘：纯度不低于 98%（质量分数）。

5.5.3 校正样品：以 1,3,5-三甲苯为溶剂，配制一定浓度的萘、1-甲基萘、2-甲基萘、2,7-二甲基萘、2,3-二甲基萘等混合校正样品，用于测定校正因子。

6 仪器

6.1 气相色谱仪

配置氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪。该仪器对本文件所规定的最低测定浓度的杂质所产生的峰高应至少大于噪音的两倍。当采用校正面积归一化法分析样品时，仪器的动态线性范围必须满足定量要求。

6.2 色谱柱

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1，典型色谱图见图 1。能满足分离要求的其他色谱柱和色谱条件也可使用。

表 1 推荐的色谱柱及典型操作条件

色谱条件		参数
色谱柱固定相		改性-聚二甲基聚硅氧烷固定相
柱长/m		50
柱内径/mm		0.25
液膜厚度/ μm		0.25
载气（N ₂ ）流量/（mL/min）		1
柱温	初始温度/ $^{\circ}\text{C}$	130
	保持时间/min	0
	升温速率/（ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ）	1
	到达温度/ $^{\circ}\text{C}$	170
	保持时间/min	0
	二次升温速率/（ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ）	20
	终止温度/ $^{\circ}\text{C}$	190
	保持时间/min	5
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$		280
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$		300
氢气（H ₂ ）流量/（mL/min）		35
空气（Air）流量/（mL/min）		350
分流比		30:1
进样量/ μL		1

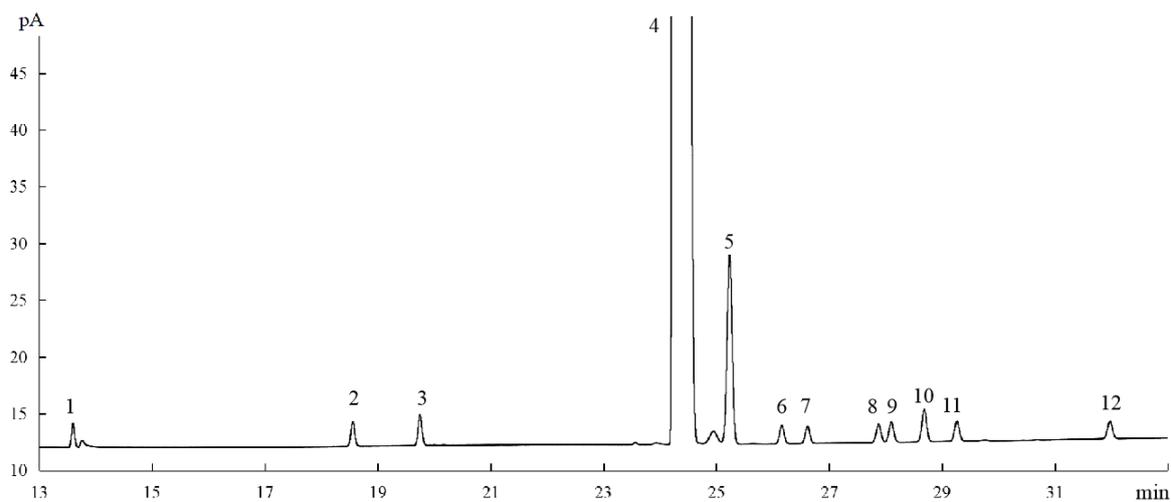


图1 2,6-二甲基萘样品的典型色谱图

标引序号说明:

1—萘;

2—2-甲基萘;

3—1-甲基萘;

4—2,6-二甲基萘;

5—2,7-二甲基萘;

6—1,3-二甲基萘;

7—1,6-二甲基萘;

8—1,5-二甲基萘;

9—1,4 二甲基萘;

10—2,3 二甲基萘;

11—1,2 二甲基萘;

12—1,8 二甲基萘;

13—溶剂杂质。

6.3 分析天平

感量 0.1mg。

6.4 进样装置

10uL 微量注射器或液体自动进样器。

6.5 记录装置

色谱工作站或积分仪。

7 试样溶液的制备

以1,3,5-三甲苯为溶剂，将待测样品配制成含量约为12%（质量分数）的试样溶液，完全溶解后备测。

8 测定步骤

8.1 仪器准备

按照表 1 推荐的操作条件设置仪器参数，待仪器稳定后即可开始测试。

8.2 校准溶液的配制

取一个清洁、干燥的带盖可密封玻璃瓶，以1,3,5-三甲苯为溶剂，加入适量的高纯度2,6-二甲基萘和各类杂质组分，摇匀使其充分溶解，称量准确至0.0001g。计算每个化合物的含量，应精确至0.0001%。配制的对二甲苯纯度和烃类杂质含量应与待测试样相近，必要时可分步稀释。

8.3 校正因子的测定

在表 1 规定的条件下向色谱仪注入适量的校准溶液（8.2）。重复测定三次，记录各化合物的峰面积。每个烃类杂质相对于 2,6-二甲基萘的质量校正因子（ f_i ）按式（1）计算。

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

式中：

f_i ——相对质量校正因子；

w_i ——校准溶液中各烃类杂质 i 的含量（质量分数），%；

w_s ——校准溶液中 2,6-二甲基萘的含量（质量分数），%；

A_i ——校准溶液中各烃类杂质 i 的峰面积；

A_s ——校准溶液中 2,6-二甲基萘的峰面积。

三次重复测定结果的相对标准偏差（RSD）应不大于5%，取其平均值作为校正因子，应保留三位有效数字。

8.4 试样测定

在表1规定的条件下，向色谱仪中注入1,3,5-三甲苯溶剂，进行空白分析。1,3,5-三甲苯溶剂中的杂质须与样品中的目标杂质峰不重叠，若发现溶剂中的杂质与样品中的目标杂质出峰时间重叠，则须更换1,3,5-三甲苯溶剂，重新测试，直至确认溶剂中杂质与试样溶液中目标杂质峰不重叠。

在表1规定的条件下，将所制备的试样溶液（7）注入色谱仪中进行分析，重复测定两次，记录各组分的峰面积。

9 结果的表示

9.1 2,6-二甲基萘的纯度及各杂质的含量 w_i ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

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

式中：

f_i ——杂质 i 或 2,6-二甲基萘的质量校正因子；

A_i ——试样中杂质 i 或 2,6-二甲基萘的峰面积。

9.2 2,6-二甲基萘的纯度 P ，以%（质量分数）表示，按式（3）计算：

$$P = 100 - \sum w_i \dots \dots \dots (3)$$

式中：

w_i —— 试样溶液中杂质 i 的含量，%（质量分数）。

注：若待测试样中有未被检出的杂质，本方法不能测定试样的绝对纯度，若采用其他方法检测出其他类型杂质，可采用公式（3）计算纯度。

9.3 对于任一试样，分析结果的数值修约按 GB/T 8170 规定进行，并以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果。

9.4 报告每个杂质浓度，应精确至 0.001%（质量分数）；报告 2,6-二甲基萘纯度，应精确至 0.01%（质量分数）。

10 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过表 2 的重复性限(r)，以大于重复性限(r)的情况不超过 5%为前提。

不同实验室的不同操作者，使用不同仪器对同一样品进行试验，所测得的两个单一、独立的试验结果之差，不应超过表 2 的再现性限(R)，以大于再现性限 (R)的情况不超过 5%为前提。

表 2 重复性限和再现性限

组分	重复性限 (r)	再现性限 (R)
烃类杂质组分		
≤0.01%（质量分数）	为其平均值的 20 %	为其平均值的 35 %
>0.01%（质量分数）	为其平均值的 10 %	为其平均值的 25 %
2,6-二甲基萘纯度		
≥98.0%（质量分数）	为 0.05%（质量分数）	为 0.07%（质量分数）

11 质量控制

11.1 实验室应定期分析质量控制样品，以保证测试结果的准确性。

11.2 质量控制样品应当是稳定的，且相对于被分析样品是具有代表性的。质量控制样品可按照外标校正样品配制过程自行配制，也可采用外标校正样品为质量控制样品。

12 报告

报告应包括下列内容：

- a) 有关样品的全部资料，例如样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等。
- b) 本文件编号。
- c) 分析结果。
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明。
- e) 分析人员的姓名及分析日期等。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn