

团 体 标 准

T/CIECCPA XXX-XXXX

3, 5, 5-三甲基己酸（异壬酸）组成

3, 5, 5-Trimethylhexanoic Acid (Isononanoic Acid) – Composition

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中 国 工 业 节 能 与 清 洁 生 产 协 会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 2

7 色谱条件 2

8 试验步骤 3

9 结果计算 3

10 精密度 4

11 试验报告 4

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专利的责任。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会提出并归口。

本文件主要起草单位：中国石油化工股份有限公司茂名分公司。

本文件主要起草人：张莉、吴江林、赵金波、宋俊燕、蒋文军。

3, 5, 5-三甲基己酸（异壬酸）组成

1 范围

本文件规定了采用气相色谱法测定3,5,5-三甲基己酸（异壬酸）纯度及杂质含量的方法，包含方法原理、试剂和材料、仪器和设备、色谱条件、试验步骤、结果计算、精密度及报告。

本文件适用于纯度不低于99%的异壬酸中主成分纯度及杂质（如其他轻组分、重组分等）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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

异壬酸 3,5,5-Trimethylhexanoic acid for industrial use

以化工原料经合成制得，主要用于涂料、塑料、冷冻机油、表面活性剂、医药中间体、香料及化妆品等领域的工业级异壬酸产品。

3.2

纯度 Purity

在本标准规定的色谱条件下，异壬酸主峰面积占总峰面积的百分含量。

3.3

杂质 Impurities

在本标准规定的色谱条件下，除异壬酸主峰外的其他色谱峰对应的物质，包括但不限于同分异构体、残留原料、副产物等。

4 方法原理

利用气相色谱法，在规定的色谱条件下，使异壬酸样品中的主成分与杂质在色谱柱上分离，通过火焰离子化检测器（FID）检测，采用面积归一化法计算异壬酸的纯度及各杂质的含量。

5 试剂和材料

5.1 载气

氮气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

T/CIECCPA XXX-20XX

5.2 燃气

氢气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.3 助燃气

空气，经净化处理（去除水、油等杂质）。

5.4 溶剂（可选）

符合色谱分析的二氯甲烷或其他适宜溶剂（如样品可直接进样，可不用溶剂）。

5.5 标准品（必要时）

异壬酸标准品（纯度已知），用于定性对照。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪

配备火焰离子化检测器（FID），具备程序升温功能和分流/不分流进样口。

6.2 色谱柱

固定相为5%-苯基-甲基聚硅氧烷的超高惰性气相色谱柱（HP-5MS UI柱或等效柱），规格为30 m $\times$ 0.250 mm（内径） $\times$ 0.25 μ m（膜厚）。

6.3 进样器

微量注射器，规格0.5 μ L或1 μ L，精度符合要求。

6.4 数据处理系统

色谱工作站或积分仪，能对色谱峰进行面积积分和计算。

7 色谱条件

7.1 进样口温度

300 $^{\circ}$ C。

7.2 柱温程序

柱温采用程序升温，具体条件如下：

- a) 初始温度 50 $^{\circ}$ C，保持 2 min；
- b) 再以 10 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 300 $^{\circ}$ C，保持 20 min。

7.3 进样量

0.4 μ L。

7.4 进样方式

分流。

7.5 载气控制模式

线速控制模式，线速22 cm/s，对应色谱柱流量约0.8 mL/min（实际流量可根据仪器型号微调，以线速为准）。

7.6 检测器条件

检测器具体参数条件如下：

- a) 检测器类型：FID；
- b) 检测器温度：300 °C；
- c) 氢气流量：30 mL/min（可根据实际情况优化）；
- d) 空气流量：380 mL/min（可根据实际情况优化）；
- e) 尾吹气（氮气）流量：25 mL/min；
- f) 样品分流比：30:1；
- g) 总流出时间：47 min。

8 试验步骤

8.1 样品制备

取适量异壬酸样品，若样品均匀且无明显杂质颗粒，可直接进样；若样品黏度较大或存在微量固体杂质，可用0.22 μm滤膜过滤后再进样，或用色谱纯溶剂（5.4）稀释（稀释倍数根据样品浓度适当选择，确保主成分峰面积在检测器线性范围内），摇匀后备用。

8.2 仪器调试

按照气相色谱仪操作规程启动仪器，设定7中规定的色谱条件，待仪器稳定（基线平直、温度及流量达到设定值）后，进行进样分析。

8.3 进样分析

用微量注射器准确抽取0.4 μL样品（或稀释后的样品），注入气相色谱仪进样口，记录色谱图。每个样品至少平行测定2次，两次测定结果的相对偏差应不大于0.1%，取平均值作为测定结果。

按GB/T 8170 的规定进行修约，纯度计算结果表示到小数点后两位，杂质含量计算结果表示到小数点后四位。

9 结果计算

9.1 纯度计算

异壬酸的纯度按面积归一化法计算，按公式（1）：

$$w = \frac{A_i}{\sum A_{\text{总}}} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

w ——异壬酸纯度，%；

A_i ——异壬酸主峰的面积；

$\Sigma A_{\text{总}}$ ——所有色谱峰的总面积（包括主峰和杂质峰，溶剂峰除外，若有）。

9.2 杂质含量计算

单个杂质的含量按面积归一化法计算，按公式（2）：

$$w_k = \frac{A_k}{\Sigma A_{\text{总}}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_k ——单个杂质含量，%；

A_k ——单个杂质峰的面积；

$\Sigma A_{\text{总}}$ ——所有色谱峰的总面积（包括主峰和杂质峰，溶剂峰除外，若有）。

9.3 数值修约

测定结果按GB/T 8170的规定进行修约，保留至小数点后两位。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作人员使用同一仪器，对同一试样进行两次平行测定，其纯度结果的绝对差值应不大于0.1%，杂质含量的相对偏差应符合GB/T 9722的相关规定。

10.2 再现性

在任意两个实验室，由不同操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测试样相互独立测试，获得的两个独立测试的结果绝对差值应不大于0.1%。

11 试验报告

报告应包括以下内容：

- a) 生产单位、样品名称、批号、采样日期、采样地点、采样时间；
- b) 本标准编号；
- c) 测定结果（异壬酸纯度及主要杂质含量）；
- d) 试验日期、操作人员；
- e) 任何偏离本标准的情况。