



中华人民共和国国家标准

GB/T 40394—2021

工业用甲醇中痕量三甲胺含量的测定 气相色谱质谱联用法

Determination of trace trimethylamine in methanol for industrial use—
Gas chromatography-mass spectrometry

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：国家能源集团宁夏煤业有限责任公司、中国石化集团重庆川维化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、岛津企业管理(中国)有限公司。

本文件主要起草人：侯丽、董永花、黄煜、罗金涛、罗莉、潘飞飞、王明勇、席导成、王笑妍、贺举、孙谦。

工业用甲醇中痕量三甲胺含量的测定

气相色谱质谱联用法

警示——本文件并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本文件规定了采用气相色谱质谱联用法测定工业用甲醇中痕量三甲胺含量的方法。

本文件适用于工业用甲醇中三甲胺的测定,测定下限为 14 $\mu\text{g/L}$ 。

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 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概要

通过向甲醇样品中加入盐酸,将常温下易挥发的三甲胺转化为三甲胺盐酸盐;进样前加入氢氧化钠使其再转化为三甲胺。采用顶空进样,气相色谱质谱联用法测定。以三甲胺的保留时间(RT)及质荷比(m/z)分别为 42、58、59 的辅助定性离子双重定性,以质荷比(m/z)58 的定量离子工作曲线法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

- 5.1 水:符合 GB/T 6682,二级水的规定。
- 5.2 甲醇:色谱纯。
- 5.3 氦气:体积分数不小于 99.999%,用作载气。
- 5.4 氮气:体积分数不小于 99.999%,用作吹扫气。
- 5.5 三甲胺标准溶液:0.1 mg/mL,溶剂为甲醇,有证标准物质。
- 5.6 硫酸溶液:1.0 mol/L。