

团 体 标 准

T/CSPSTC 31—2019

咪唑产品测试方法及技术要求

Testing methods and technical requirements of imidazole products

2019-08-28 发布

2019-11-15 实施

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 产品指标	1
4 试验方法	2
5 检验规则	4
6 标志、包装、运输、贮存	4
附录 A (资料性附录) 试样测定的各组分相对保留时间和典型色谱图	6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由江苏康乐佳材料有限公司提出。

本标准由中国科技产业化促进会归口。

本标准起草单位：江苏康乐佳材料有限公司、上海浩登材料股份有限公司、上海市新材料协会、河海大学、宁夏大学、上海健倬生物科技有限公司、宁夏倬昱新材料科技有限公司。

本标准主要起草人：沈健、周晓锋、杨青、沈昱安、万伯顺、祁刚。

咪唑产品测试方法及技术要求

1 范围

本标准规定了咪唑(英文名称 Imidazole, 简称 IMD)理化指标、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于以甲醛、氨水、乙二醛为原料一步法制得的咪唑。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固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值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 15258 化学品安全标签编写规定

3 产品指标

3.1 外观

白色结晶。


3.2 ISO 通用名称、CAS 号、化学名称、分子式、化学结构式、相对分子质量

ISO 通用名称:Imidazole

CAS 号(CAS Registry Number):288-32-4

化学名称:1,3-二氮杂茂

分子式: $C_3H_4N_2$

化学结构式:

相对分子质量:68(按 2011 年国际相对原子质量)

3.3 理化指标

产品的理化指标应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项目	指标	计量单位
熔点	88.0~91.0	℃
水分(以质量分数计)	≤0.2	%
咪唑含量(以质量分数计)	≥99.5	%
1-甲氧基甲基咪唑含量(以质量分数计)	≤0.3	%
2-甲基咪唑含量(以质量分数计)	≤0.3	%
4-甲基咪唑含量(以质量分数计)	≤0.3	%

4 试验方法

4.1 外观

在自然光线下,将样品轻轻置于 100 mL 表面皿中,目视观察。

4.2 熔点

4.2.1 传热介质

甲基硅油

201 型甲基硅油,黏度在 500 号以上。

4.2.2 样品预处理

取少量试样置于干燥、清洁的称量瓶中,称量瓶盖上留一小缝,于 60 ℃真空干燥箱中干燥 30 min,取出,置于干燥器中,备用。

4.2.3 试验方法

按 GB/T 617—2006 的规定进行。

4.3 水分

按 GB/T 6283—2008 中 8 的规定进行。

4.4 咪唑试样含量(参见附录 A)

4.4.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使样品汽化后经色谱柱分离,用氢火焰离子化检测器检测,采用面积归一化法定量,减去水分的含量,得到咪唑含量。

4.4.2 鉴别试验

本鉴别试验可与咪唑含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中咪唑色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4.3 试剂

甲醇:分析纯。

4.4.4 仪器

4.4.4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。对样品中 0.001%(质量分数)的组分所产生的峰高应大于噪声的两倍。

4.4.4.2 记录仪:色谱工作站。

4.4.4.3 微量注射器:1 μL 。

4.4.5 色谱柱及典型操作条件

4.4.5.1 色谱柱:熔融石英毛细管柱,柱长 60 m,柱内径 0.32 mm,液膜厚度 0.25 μm 。

4.4.5.2 固定相:(5%苯基)95%二甲基聚硅氧烷,或同等条件的毛细色谱柱。

4.4.5.3 载气:氮气(N_2)。

4.4.5.4 载气(N_2)压力:0.05 MPa。

4.4.5.5 氢气(H_2)压力:0.1 MPa。

4.4.5.6 空气(air)压力:0.1 MPa。

4.4.5.7 汽化室温度:260 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.5.8 检测器温度:260 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.5.9 柱温:180 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.5.10 进样量:0.1 μL 。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳分离效果。

4.4.6 测定

称取咪唑试样约 0.1 g(准确至 0.000 2 g),于 25 mL 棕色容量瓶中,加入甲醇,超声溶解并定容。在上述色谱操作条件下,待仪器运行稳定后,用 1 μL 微量注射器吸取 0.1 μL 样品溶液,进样,用色谱工作站进行结果处理,样品中各组分含量按面积归一法计算。

4.4.7 结果计算

a) 样品中咪唑的含量 w_1 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100\% - w_2) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w_1 ——咪唑的质量分数;

A_1 ——咪唑色谱峰的面积, mm^2 ;

A_i ——某组分色谱峰的面积, mm^2 ;

w_2 ——样品中,以质量分数表示的水分的数值。

b) 样品中,1-甲氧基甲基咪唑、2-甲基咪唑、4-甲基咪唑的含量 w_3 、 w_4 、 w_5 ,分别按式(2)、式(3)、式(4)计算:

$$w_3 = \frac{A_3}{\sum A_i} \times (100\% - w_2) \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$w_4 = \frac{A_4}{\sum A_i} \times (100\% - w_2) \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$w_5 = \frac{A_5}{\sum A_i} \times (100\% - w_2) \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- w_3 ——1-甲氧基甲基咪唑含的质量分数；
- A_3 ——1-甲氧基甲基咪唑色谱峰的面积, mm^2 ；
- w_2 ——样品中,以质量分数表示的水分的数值；
- w_4 ——2-甲基咪唑的质量分数；
- A_4 ——2-甲基咪唑色谱峰的面积, mm^2 ；
- w_5 ——4-甲基咪唑的质量分数；
- A_5 ——4-甲基咪唑色谱峰的面积, mm^2 ；
- A_i ——某组分色谱峰的面积, mm^2 。

4.4.8 允许差

应完成两次平行测定,取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5 检验规则

5.1 组批与抽样

5.1.1 组批

同一次投料的生产产品为一批。

5.1.2 抽样

按 GB/T 6678 及 GB/T 6679 规定进行,将样品混匀,缩分到总量不少于 50 g,均分两等份。分别装入两个洁净干燥的磨口瓶中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号、取样日期和取样者。一瓶做产品质量检测,另一瓶保存 12 个月,备用。

5.2 判定

5.2.1 本标准中,产品质量指标检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的“修约值比较法”进行。

5.2.2 检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求时,应自同批产品中加倍抽样或用备检样本,对不合格项进行复检,复检结果若仍不合格,则判定该批产品不合格。

5.3 出厂检验

产品应由生产厂的质量检验部门检验合格,附合格证明后方可出厂,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 产品应注明产品名称、生产企业名称和地址、生产日期、批号、执行标准。

6.1.2 产品应有防潮、防雨等图示标志,图示标志应符合 GB/T 191 的规定。并在包装容器明显位置粘贴、悬挂或喷印符合 GB/T 15258 规定的标签。

6.1.3 每批检验合格的出厂产品应附质量证明书,质量证明书内容包括不限于:生产企业名称、地址、产品名称、生产日期、批号、净含量、执行标准和本标准规定的质量指标的检测结果。

6.2 包装

产品内包装可采用干燥、清洁、牢固的双层聚乙烯塑料袋,外包装可采用纸板桶或塑料编织袋。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装。

6.3 运输

产品运输过程中应轻装轻卸、防止日晒雨淋或靠近热源,不可与其他可能与产品发生反应的物品混装运输。

6.4 贮存

产品应贮存在阴凉、通风、干燥的室内,应避免日晒雨淋或靠近热源,不可与其他可能与产品发生反应的物品混贮。

附录 A

(资料性附录)

试样测定的各组分相对保留时间和典型色谱图

试样各组分相对保留时间见表 A.1, 典型色谱图参见图 A.1。

表 A.1 试样各组分相对保留时间

出峰顺序	组分名称(分子式)	相对保留时间/min
1	1-甲氧基甲基咪唑($C_5H_8N_2O$)	11.4
2	咪唑($C_3H_4N_2$)	12.0
3	2-甲基咪唑($C_4H_6N_2$)	12.5
4	4-甲基咪唑($C_4H_6N_2$)	13.3

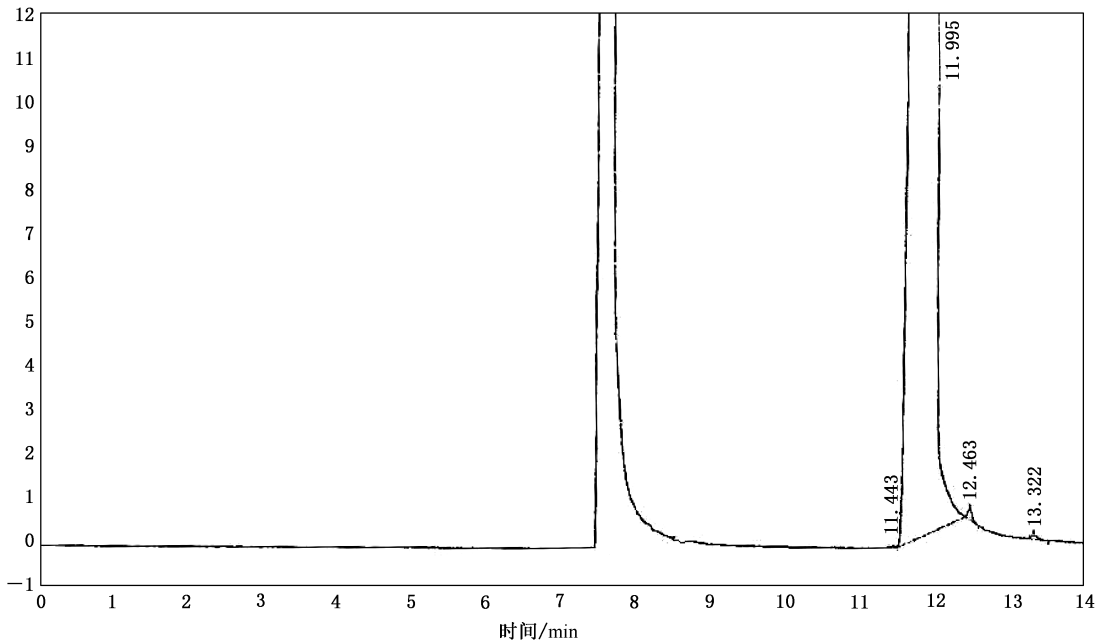


图 A.1 试样典型色谱图