



中华人民共和国国家标准

GB/T 17530.1~17530.5—1998

工业丙烯酸及酯试验方法

Test methods of acrylic acid and
acrylate esters for industrial use



1998-11-04 发布



C200005875

1999-06-01 实施

国家质量技术监督局 发布

GB/T 17530.1~17530.5—1998

目 次

GB/T 17530.1—1998	工业丙烯酸纯度的测定 气相色谱法	1
GB/T 17530.2—1998	工业丙烯酸酯纯度的测定 气相色谱法	6
GB/T 17530.3—1998	工业丙烯酸及酯色度的测定	16
GB/T 17530.4—1998	工业丙烯酸酯酸度的测定	19
GB/T 17530.5—1998	工业丙烯酸及酯中阻聚剂的测定	22



前 言

本标准是对 ZB/T G17 010—1987《工业丙烯酸》的修订,对方法做以下改动:在 ZB/T G17 010—1987 中,使用两根不同固定液的分离柱(FFAP+NPGA;THERMON-1000+H₃PO₄)分别测定高、低沸点杂质,本标准用一根分离柱(固定液为 FFAP+NPGA),采用程序升温。

本标准自实施之日起,代替 ZB/T G17 010—1987。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会基本有机化工产品分会归口。

本标准负责起草单位:北京化工集团有限责任公司东方化工厂。

本标准参加起草单位:上海高桥石化丙烯酸厂、吉联(吉林)石油化学有限公司。

本标准主要起草人:吴藏珍、周 越、王绍新。

中华人民共和国国家标准

工业丙烯酸纯度的测定 气相色谱法

GB/T 17530.1—1998

Determination of purity of industrial use
acrylic acid by gas chromatography

1 范围

本标准规定了工业丙烯酸有机杂质及纯度的测定方法。
本标准适用于丙烯催化氧化法制得的聚合级丙烯酸的分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 方法提要

丙烯酸试样通过色谱柱,各杂质得到分离,经火焰离子化检测器检测,用内标法定量。

4 试剂和材料

本标准所使用的试剂在没有注明其他要求时,均使用分析纯试剂。

- 4.1 内标物:癸二酸二甲酯。
- 4.2 工业丙烯酸:优等品以上。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪:灵敏度及稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。
- 5.2 检测器:火焰离子化检测器。
- 5.3 色谱数据处理机或记录仪。
- 5.4 进样器:微量注射器,5 μL 或 10 μL 。

6 色谱分析条件

色谱仪启动后,进行必要的调节,以达到表 1 所推荐的分析条件;或由使用者调节,选择适宜的温度和流速,以达到合适的分离条件。

表 1 推荐分析条件

色谱柱	φ3 mm×2 m 不锈钢柱或 φ2.6 mm×1.5 m 玻璃柱
载 体	Uniport S 0.147~0.175 mm(80~100 目)
固定液	FFAP+NPGA
固定液比例	15 FFAP : 5 NPGA : 100 载体
汽化温度	200℃
柱箱温度	初始温度 120℃ 升温速率 3℃/min 最终温度 190℃ 保持 40 min
检测器温度	200℃
载气:氮气	65 mL/min
燃气:氢气	55 mL/min
助燃气:空气	610 mL/min
内标物与样品比例	0.02 : 10
进样量	1 μL

7 测定步骤

7.1 色谱柱制备

按 GB/T 9722—1988 的 7.1 条进行。

7.2 相对校正因子的测定

在预先精确称量的 100 mL 洁净、干燥容量瓶中加入适量丙烯醛、乙酸、糠醛、丙酸、苯甲醛、马来酸酐、苯甲酸、丙烯酸二聚体和内标物,其加入量要分别称量(精确至 0.000 2 g),再用丙烯酸稀释至刻度。充分摇匀。要求此标准样品杂质含量与待测样品相近。在推荐的色谱分析条件下,将上述标准样品重复测定三次(同时测定稀释剂),分别测得各组分及内标物的峰面积,并按式(1)计算各组分的相对校正因子 f_i :

$$f_i = \frac{A_s m_i}{(A_i - A_{i0}) m_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_i —— i 组分的峰面积;

A_s ——内标物的峰面积;

A_{i0} ——本底中 i 组分测定三次峰面积的平均值;

m_i ——标准样品中 i 组分的质量, g;

m_s ——标准样品中内标物的质量, g。

7.3 样品测定

在预先精确称量的清洁干燥的 50 mL 具塞三角瓶中,加入 0.02 g 内标物(精确至 0.000 2 g),再加入 10 g 试样(精确至 0.000 2 g),混匀。在与测定相对校正因子同样的操作条件下,对试样进行测定。

7.4 分析结果的计算

各组分含量 X_i 按式(2)计算:

$$X_i = \frac{A_i m_s}{A_s m} \times f_i \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_i —— i 组分的峰面积;

A_s ——内标物的峰面积；

m_s ——内标物质量，g；

f_i —— i 组分的相对校正因子；

m ——试样质量，g。

注：出现未知组分时，以邻近组分相对校正因子计算。

8 丙烯酸纯度计算

丙烯酸纯度 X (百分含量) 按式(3)计算：

$$X = 1 - C - \sum X_i \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： C ——试样中所含水分，%；

$\sum X_i$ ——试样中有机杂质(不包括丙烯酸二聚体)百分含量的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.02%。

所得结果应表示至一位小数。

9 相对保留时间、相对校正因子推荐值及典型色谱图

见附录 A (提示的附录)。



附录 A

(提示的附录)

相对保留时间、相对校正因子推荐值及典型色谱图

A1 相对保留时间及相对校正因子推荐值

组 分	相对保留时间	相对校正因子
丙烯醛	0.04	0.80
乙酸	0.61	2.42
糠醛	0.73	1.29
丙酸	0.74	1.49
苯甲醛	0.95	0.71
丙烯酸	1.00	—
马来酸酐	1.49	4.58
内 标	3.70	1.00
4-甲氧基酚	4.80	—
苯甲酸	4.80	0.84
丙烯酸二聚体	5.26	1.70

A2 典型色谱图

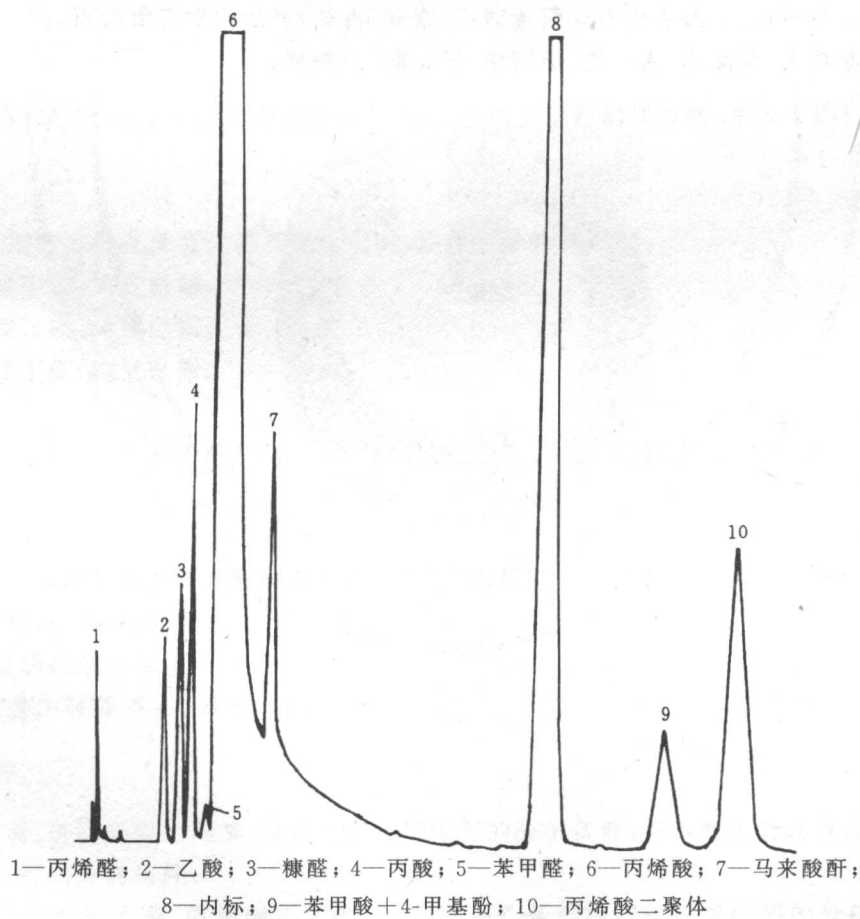


图 A1 典型色谱图

前 言

工业丙烯酸酯类纯度的测定等效采用 ASTM D 3362—1993《用气相色谱法测定丙烯酸酯的纯度》。在 ASTM D 3362—1993 中,规定使用热导检测器或氢焰检测器。因为国内生产厂目前所用色谱仪的配制是以氢焰检测器为主,所以本标准中采用氢焰检测器。在 ASTM D 3362—1993 中规定:分离柱为长 6.1 m、直径 6.4 mm 的不锈钢管;载体用 Chromosorb P AW 45~60 目;固定液用 UCON-50-HB-2000X。而在国内市场不能满足上述要求情况下,本标准采用了国内市场可以满足的条件,即分离柱为长 6 m、直径 3 mm 的不锈钢管;载体用 Chromosorb PAW 0.175~0.246 mm(60~80 目);固定液用 UCON-50-HB-2000。

本标准自实施之日起,代替 ZB/T G17 008—1987、ZB/T G17 009—1987、ZB/T G17 011—1987、ZB/T G17 012—1987。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会基本有机化工产品分会归口。

本标准负责起草单位:北京化工集团有限责任公司东方化工厂。

本标准参加起草单位:上海高桥石化丙烯酸厂、吉联(吉林)石油化学有限公司。

本标准主要起草人:吴藏珍、周 越、谢国华、杨彩霞、何鹤林。

中华人民共和国国家标准

工业丙烯酸酯纯度的测定 气相色谱法

GB/T 17530.2—1998

Determination of purity of industrial use
acrylate esters by gas chromatography

1 范围

本标准规定了工业丙烯酸酯有机杂质及纯度的测定。

本标准适用于由丙烯酸分别与甲醇、乙醇、丁醇、2-乙基己醇经酯化反应制得的相应酯类产品的分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 方法提要

丙烯酸酯试样通过色谱柱,各杂质得到分离,经火焰离子化检测器检测,用校正面积归一法定量。

4 试剂和材料

本标准所使用的试剂在没有注明其他要求时,均使用分析纯试剂。

4.1 甲氧基丙酸甲酯:纯度已知。

4.2 乙氧基丙酸乙酯:纯度已知。

4.3 丁氧基丙酸丁酯:纯度已知。

4.4 二氯甲烷。

4.5 工业丙烯酸甲酯、工业丙烯酸乙酯、工业丙烯酸正丁酯、工业丙烯酸 2-乙基己酯:优等品以上。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:灵敏度及稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。

5.2 检测器:火焰离子化检测器。

5.3 色谱数据处理机或记录仪。

5.4 进样器:微量注射器,5 μ L 或 10 μ L。

6 色谱分析条件

色谱仪启动后,进行必要的调节,以达到表 1 所推荐的分析条件;或由使用者调节,选择适宜的温度和流速,以达到合适的分离条件。

丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸 2-乙基己酯四种丙烯酸酯的分析条件推荐值见

表 1:

表 1 色谱分析条件推荐值

项 目 \ 产品名称	丙烯酸甲酯	丙烯酸乙酯	丙烯酸正丁酯	丙烯酸 2-乙基己酯
色谱柱	$\phi 3 \text{ mm} \times 6 \text{ m}$ 不锈钢			
载 体	Chromosorb P AW 0.175~0.246 mm (60~80 目)			
固定液	UCON 50-HB-2000			
固定液比例	20 : 100			
汽化温度, $^{\circ}\text{C}$	180	200	200	200
柱箱温度, $^{\circ}\text{C}$	110	100	140	190
检测器温度, $^{\circ}\text{C}$	240	260	260	300
载气: 氮气, mL/min	60	45	60	50
燃气: 氢气, mL/min	80	55	80	40
助燃气: 空气, mL/min	850	550	780	550
进样量, μL	1	1	1	1

7 测定步骤

7.1 色谱柱制备

7.1.1 固定液用二氯甲烷溶解,其余按 GB/T 9722—1988 的 7.1 条进行。

7.1.2 柱装填量必须达到 4.3 g/m 以上。

7.2 相对校正因子的测定

在预先精确称量的 100 mL 洁净、干燥容量瓶中加入适量各种已知杂质,其加入量要分别称量(精确至 0.000 2 g),用相应的丙烯酸酯稀释至刻度,充分摇匀。此标准溶液杂质含量应与待测样品接近(可分步适当稀释)。在推荐的色谱分析条件下,将上述标准样品重复测定三次(同时测定稀释剂),分别测得各杂质组分及主组分的峰面积,按式(1)计算各组分的相对校正因子 f_i :

$$f_i = \frac{A m_i}{(A_i - A_{i0}) m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_i —— i 组分的峰面积;

A ——主组分的峰面积;

A_{i0} ——本底中 i 组分测定三次峰面积的平均值;

m_i ——标样中 i 组分的质量, g;

m ——标样中主组分的质量, g。

7.3 样品测定

在与做相对校正因子同样的操作条件下,将试样进行平行测定,分别得到各杂质组分的峰面积。

7.4 分析结果的计算

各组分百分含量 X_i 按式(2)计算:

$$X_i = \frac{A_i f_i \times 100}{\sum (A_i f_i) + A} \times (1 - C) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_i —— i 组分的峰面积;

f_i —— i 组分的相对校正因子;

A ——主组分的峰面积;

C ——水分和酸度的总和，%。

注：出现未知组分时，以邻近组分相对校正因子计算。

8 丙烯酸酯纯度计算

8.1 丙烯酸酯的纯度 X (百分含量) 按式(3)计算：

$$X = 1 - C - \sum X_i \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： C ——水分和酸度的总和，%；

$\sum X_i$ ——试样中色谱杂质的总和，%。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.05%。

所得结果应表示至一位小数。

9 相对保留时间、相对校正因子推荐值及典型色谱图

见附录 A (提示的附录)。

附 录 A

(提示的附录)

相对保留时间、相对校正因子推荐值及典型色谱图

A1 相对校正因子及相对保留时间推荐值

A1.1 丙烯酸甲酯

组 分	相对保留时间	相对校正因子
乙酸甲酯	0.52	1.12
甲醇	0.52	1.12
丙酸甲酯	0.89	0.81
丙烯酸甲酯	1.00	1.00
丙烯酸乙酯	1.45	0.68
异丁醇	1.99	0.48
未知物	2.69	—
丙烯酸异丁酯	3.34	0.67
甲氧基丙酸甲酯	5.11	1.04

A1.2 丙烯酸乙酯

组 分	相对保留时间	相对校正因子
乙醇	0.52	1.08
乙酸乙酯	0.53	1.08
丙烯酸甲酯	0.66	2.24
丙酸乙酯	0.89	1.22
丙烯酸乙酯	1.00	1.00
异丁醇	1.44	0.96
未知物	1.74	—
丙烯酸异丁酯	2.44	1.64
乙氧基丙酸乙酯	7.54	1.43

A1.3 丙烯酸正丁酯

组 分	相对保留时间	相对校正因子
二丁醚	0.50	0.79
乙酸正丁酯	0.59	0.97
正丁醇	0.59	0.97
甲基正丁基酮	0.59	0.97
丙酸异丁酯	0.66	1.00
丙烯酸异丁酯	0.75	0.95

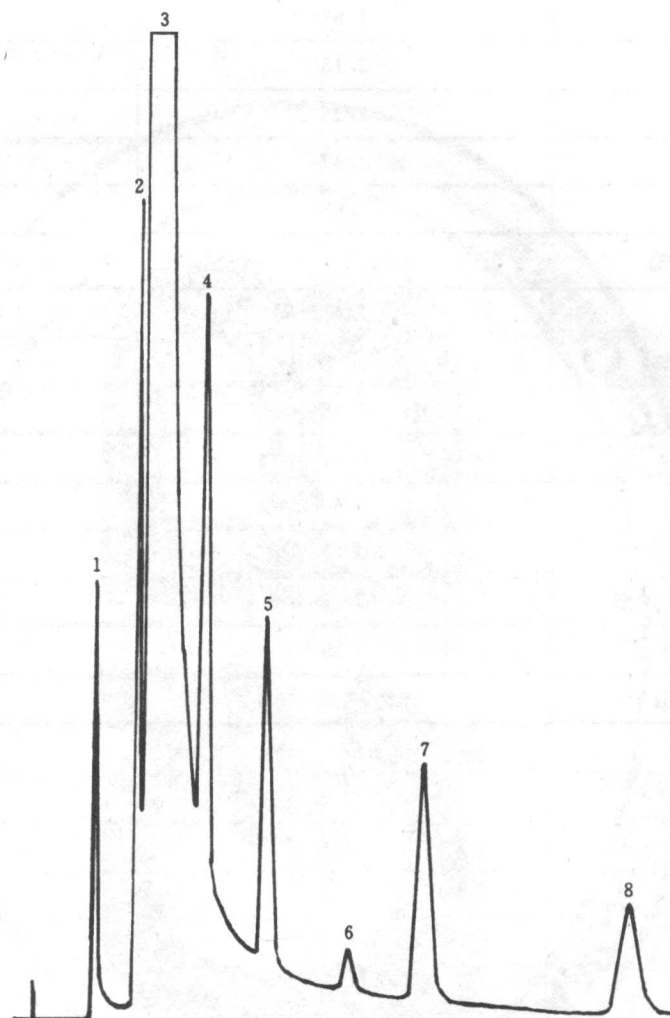
组 分	相对保留时间	相对校正因子
丙酸正丁酯	0.91	0.97
丙烯酸正丁酯	1.00	—
丙烯酸异戊酯	1.39	0.77
未知物 1	1.62	—
未知物 2	2.13	—
糠 醛	2.26	1.31
未知物 3	2.42	—
苯甲醛	3.62	0.72

A1.4 丙烯酸 2-乙基己酯

组 分	相对保留时间	相对校正因子
丁基(2-乙基己基)醚	0.09	0.56
未知物 1	0.18	—
未知物 2	0.57	—
乙酸(2-乙基)己酯	0.66	0.68
2-乙基己醇	0.73	0.73
丙烯酸(2-乙基-4-甲基)戊酯	0.78	0.79
丙酸(2-乙基己酯)	0.89	0.89
丙烯酸(2-乙基)己酯	1.00	1.00

A2 典型色谱图

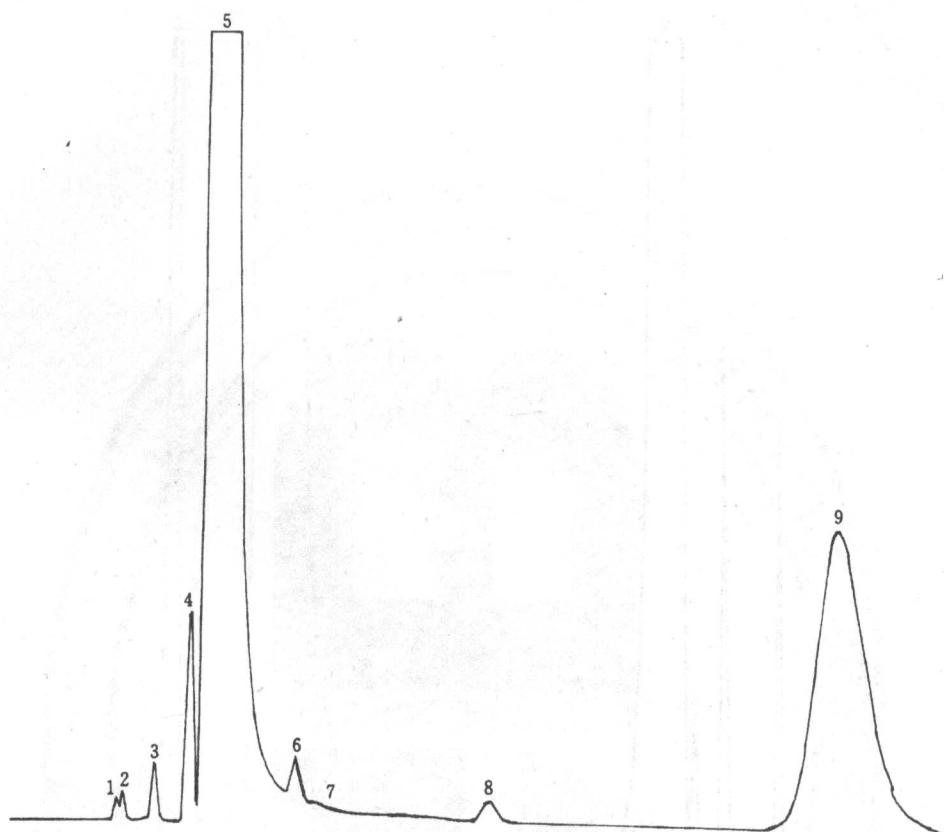
A2.1 丙烯酸甲酯



1—乙酸甲酯+甲醇；2—丙酸甲酯；3—丙烯酸甲酯；4—丙烯酸乙酯；
5—异丁醇；6—未知物；7—丙烯酸异丁酯；8—甲氧基丙酸甲酯

图 A1 丙烯酸甲酯色谱图

A2.2 丙烯酸乙酯



1—乙醇；2—乙酸乙酯；3—丙烯酸甲酯；4—丙酸乙酯；5—丙烯酸乙酯；
6—异丁醇；7—未知物；8—丙烯酸异丁酯；9—乙氧基丙酸乙酯

图 A2 丙烯酸乙酯色谱图

A2.3 丙烯酸正丁酯



1—二丁醚；2—乙酸正丁酯+正丁醇+甲基正丁基酮；3—丙酸异丁酯；4—丙烯酸异丁酯；
5—丙酸正丁酯；6—丙烯酸正丁酯；7—丙烯酸异戊酯；8—未知物 1；9—未知物 2；
10—糠醛；11—未知物 3；12—苯甲醛

图 A3 丙烯酸正丁酯色谱图

A2.4 丙烯酸 2-乙基己酯

