

中華民國國家標準

CNS

氣相層析法測定丙烯酸酯之純度

總號 6672

類號 K6610

Purity of Acrylate Esters by Gas Chromatography

1. 適用範圍：本法應用氣相層析法測定丙烯酸乙酯，丙烯酸正丁酯，2-乙基（代）丙烯酸己酯之純度。還可測定某些雜質，例如乙醇及其他酯類。至於其他雜質（如水及酸）則用其他適當方法測量，而其結果，則可用作校正之用。
2. 方法略述：一具代表性之樣品，被導入氣-液相分配之層析管中，其成分由惰性遞送氣體(Carrier Gas)遞送，經過層析管時丙烯酸酯能與雜質（如乙醇，其他酯類，醚類和數個未經鑑定之化合物）分離出來。用偵檢器及層析圖記錄測定各分離成分。使用衰減鈕及偵檢器對尖峯面積感應係數來說明層析圖，此外各尖峯面積與總面積之比就是其相對濃度。水與酸可依 CNS 4088 乙二醇檢驗法來測定，其結果可以用作修正氣相層析法。
3. 儀器：
 - 3.1 氣相層析儀：具有熱傳導或火焰離子偵檢器，並須具有足夠靈敏度和穩定度，在信號-雜訊比最少為5比1時，能獲知 0.01 重量%雜質在記錄器上最少有 2 mm 之信號。
作為判斷靈敏度之樣品，其量不要過多，以免超出負荷，致造成尖峯變寬，失去分離能力，留存時間改變及尖峯拖曳。如用熱傳導偵檢器則用 5~10 μl 樣品，如用火焰離子偵檢器則用 1~2 μl 樣品。
 - 3.2 層析管：長 6.1 m，直徑 6.4 mm 之銅，鋁，或不銹鋼管填充 20% UCON 潤滑劑 50-HB-2000X 覆以能通過 CNS 386 孔徑 0.315~0.2 之經酸洗過 Chromosorb P。
 - 3.3 樣品導入系統：任何足以把代表性樣品導入層析管系統者均可使用微注射器。
 - 3.4 記錄器：可驅動全度數之位移為 1 mV 之記錄電位計，對全標度之感應時間需要 2 秒（或略少），此外需具有第 3.1 節所述之足夠靈敏度及穩定度。
4. 試劑及試料：
 - 4.1 遞送氣體 (Carrier Gas)：需適用於偵檢器，氮氣及氫氣適用於熱傳導偵檢器，氮氣、氬氣或氫氣則適用於火焰離子偵檢器，遞送氣體最小之純度須 99.95 mol%。
注意 1：若選用氫氣時，操作需特別小心，並需確知整個系統不漏氣，並有適當流出口。
 - 4.2 層析管材料：
 - 4.2.1 液相：UCON 潤滑劑 50-HB-2000X。
 - 4.2.2 固相：經酸洗過之 Chromosorb P（能通過 CNS 386 孔徑 0.315~0.2）。須經酸洗過之 Chromosorb P 才適用。
 - 4.2.3 溶劑：二氯甲烷 (CH_2Cl_2)。試藥級。
 - 4.2.4 層析管之材料：銅，不銹鋼，及鋁均可適用於層析管製作。層析管必須不能與分離物質，樣品及遞送氣體作用，而且層析管直徑各處要一致。
 - 4.3 作校正及鑑定用之標準：標準樣品須包含所有成分，一方面可作留存時間之鑑定，而另一方面當用火焰離子偵檢器時可作樣品定量分析之校正。
5. 儀器：
 - 5.1 層析管填充料製備：為了避免固態擔體之破碎，先將 UCON 潤滑劑 50 HB-2000X（液相）溶於二氯甲烷，然後在大蒸發皿中將此混合物加入固態擔體。最後液相量為填充料之 20%（重量比）。在通風罩下用紅外線燈蒸發溶劑並偶而輕微攪拌之。另一方法，用旋轉真空乾燥器蒸發溶劑，再用篩子篩去微細的粉末。
 - 5.2 層析管之製備：沒有一定標準方式，但所完成之層析管對欲測之各成分須提供完全之分離。
 - 5.3 層析儀：在層析儀中把層析管安妥後，為配合欲分離之物質，須建立操作條件（如表 1），為使儀器達到平衡（即當儀器中紀錄器之基線達到穩定）須等到一段時間。偵檢器之溫度差須控制在 1°C 範圍內，否則會導致基線之不穩定。調整遞送氣體之流率保持在一定之速率。
6. 校正及標準化：
 - 6.1 校正：依照表 1，選擇適當之層析管溫度及遞送氣體流速，務使被分離的物質達到完全解離之目的。利用注射少量已知單一或混合物以測定各成分之留存時間，與丙烯酸乙酯，丙烯酸正丁酯，2-乙基（代）丙烯酸己酯之相對留存時間已列於表 1。
 - 6.2 標準化：層析圖各尖峯面積作為相對化合物之定量測定。若偵檢器對各成分之感應相同，則相對面積與

(共 3 頁)

公布日期
69 年 12 月 3 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期
年 月 日

印行日期 94 年 10 月

本標準非經本局同意不得翻印

甲 4 (210×297)