

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	φ3 mm×6 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, °C	180	200	200	200
柱箱温度, °C	110	100	140	190
检测器温度, °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 :

$$f_i = \frac{A m_i}{(A_i - A_{i_0}) m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_i —— i 组分的峰面积;

A ——主组分的峰面积;

A_{i_0} ——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;