

中华人民共和国国家标准

GB/T 17529.1—2008

代替 GB/T 17529.1—1998, GB/T 17530.1—1998

工业用丙烯酸及酯 第 1 部分：工业用丙烯酸

Acrylic acid and acrylate esters for industrial use—
Part 1: Acrylic acid for industrial use

2008-05-14 发布

2008-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 17529《工业丙烯酸及酯》分为 5 个部分：

- 第 1 部分：工业丙烯酸；
- 第 2 部分：工业丙烯酸甲酯；
- 第 3 部分：工业丙烯酸乙酯；
- 第 4 部分：工业丙烯酸正丁酯；
- 第 5 部分：工业丙烯酸 2-乙基己酯。

本部分为 GB/T 17529 的第 1 部分。

本部分修改采用美国材料与试验协会标准 ASTM D 4416:2004《丙烯酸》(英文版)。

本部分根据 ASTM D 4416:2004 重新起草。在附录 A 中列出了本部分的章条编号与 ASTM D 4416:2004 章条编号的对照一览表。

考虑到我国的国情,在采用 ASTM 标准时,本部分作了一些修改。本部分与 ASTM D 4416:2004 的主要差异如下：

- 产品分为精丙烯酸型和丙烯酸型,丙烯酸型分为优等品和一等品(本部分的第 5 章)。这是为了满足市场需求；
- 增加了总醛的质量分数的要求和试验方法(本部分的第 5 章和 6.3)。这样有利于产品质量的控制；
- 未设丙烯酸二聚体项目。

本部分代替 GB/T 17529.1—1998《工业丙烯酸》和 GB/T 17530.1—1998《工业丙烯酸纯度的测定 气相色谱法》。

本部分与 GB/T 17529.1—1998 和 GB/T 17530.1—1998 相比,主要变化如下：

- 增加了外观一章(见第 4 章)；
- 将产品分为精丙烯酸型和丙烯酸型。精丙烯酸型产品为一个等级并增设了总醛项目和试验方法,丙烯酸型产品分为优等品和一等品两个等级(1998 年版的第 3 章,本版的第 5 章和 6.3)；
- 丙烯酸型产品丙烯酸含量优等品指标由 $\geq 99.0\%$ 修改为 $\geq 99.2\%$,色度优等品指标由 ≤ 20 号(铂-钴色号)修改为 ≤ 15 号(1998 年版的第 3 章,本版的第 5 章)；
- 试验方法中丙烯酸含量的测定增加了毛细管柱气相色谱法,色度的测定增加了色差计法,水分的测定增加了气相色谱法(见 6.3、6.4 和 6.5)。

本部分的附录 C 为规范性附录,附录 A、附录 B 和附录 D 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本部分负责起草单位：中国石油吉林石化分公司电石厂。

本部分参加起草单位：扬子石化-巴斯夫有限责任公司、北京东方石油化工有限公司东方化工厂和上海华谊丙烯酸有限公司。

本部分主要起草人：杨永梅、李茹春、韩淑杰、刘丽萍、孔伟莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17529.1—1998；
- GB/T 17530.1—1998。

工业用丙烯酸及酯

第 1 部分:工业用丙烯酸

1 范围

本部分规定了工业用丙烯酸的要求、试验方法和标志、包装、运输、贮存及安全等。

本部分适用于由丙烯催化氧化法制得的丙烯酸的生产、检验和销售。

分子式: CH_2CHCOOH

相对分子质量: 72.06(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17529 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2366 化工产品中水分含量的测定 气相色谱法

GB/T 3143—1982(2004) 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(eqv ISO 760:1978)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 17530.3 工业丙烯酸及酯色度的测定

GB/T 17530.5 工业丙烯酸及酯中阻聚剂的测定

3 分类和命名

工业用丙烯酸按用途分为精丙烯酸型和丙烯酸型。精丙烯酸型产品和丙烯酸型产品均可用作生产丙烯酸乳液和丙烯酸酯等,精丙烯酸型产品主要用作生产高吸水性树脂等。

4 外观

无色透明液体,无悬浮物和机械杂质。

5 要求

工业用丙烯酸应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标		
		精丙烯酸型	丙烯酸型	
			优等品	一等品
丙烯酸的质量分数/%	≥	99.5	99.2	99.0
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤	10	15	20
水的质量分数/%	≤	0.15	0.10	0.20
总醛的质量分数/%	≤	0.001	—	
阻聚剂[4-甲氧基苯酚(MEHQ)]的质量分数/ 10^{-6}		200±20。可与用户协商制定。		

6 试验方法

6.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

6.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

6.3 丙烯酸含量和总醛含量的测定

6.3.1 方法提要

在选定的工作条件下,使样品汽化后经色谱柱分离,用火焰离子化检测器检测,采用内标法定量。丙烯酸含量的计算为 100 减去有机杂质(不包括丙烯酸二聚体)和水的质量分数;总醛含量的计算为丙烯酸醛、糠醛和苯甲醛质量分数的相加。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 癸二酸二甲酯:质量分数不小于 99.4%,内标物;

6.3.2.2 氢气:体积分数不低于 99.8%。使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理;

6.3.2.3 氮气:体积分数不低于 99.8%。使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理;

6.3.2.4 空气:无腐蚀性杂质。使用前进行脱油、脱水处理。

6.3.3 仪器

6.3.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中的有关规定。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;

6.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站;

6.3.3.3 进样器:自动进样器或微量注射器,5 μL 或 10 μL 。

6.3.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。填充柱典型色谱图参见附录 B 图 B.1,毛细管柱典型色谱图参见附录 B 图 B.2,各组分的相对保留值参见附录 B 表 B.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 填充柱与毛细管柱推荐分析条件

项 目	填充柱	毛细管柱
色谱柱	φ3 mm×2 m 不锈钢柱或 φ3 mm×2 m 玻璃柱	柱长/柱内径/液膜厚度： 10 m×0.53 mm×1.0 μm
载体	硅藻土载体(Uniport S) 0.147 mm~0.175 mm	DB-聚乙二醇 20M-2-硝基对苯二甲酸 (FFAP)
固定液	聚乙二醇 20M-2-硝基对苯二甲酸(FFAP)+ 己二酸新戊二醇聚酯(NPGA)	
固定液质量比	FFAP:NPGA:Uniport S = 15 : 5 : 100	
气化室温度/°C	200	230
柱箱温度	初始温度 120°C, 第一阶升温速率 1.5°C/min, 第一阶温度 145°C, 保持 2 min, 第二阶升温速率 5°C/min, 最终温度 190°C, 保持 40 min	初始温度 130°C, 保持 2 min, 升温速率 20°C/min, 最终温度 200°C, 保持 7 min, 平衡时间 5 min
检测器温度/°C	200	260
载气(氮气)流量/(mL/min)	65	8
燃气(氢气)流量/(mL/min)	55	45
助燃气(空气)流量/(mL/min)	610	300
分流比	—	1 : 8
内标物量与样品量比例	0.02 : 10	0.01 : 10
进样量/μL	1	1

6.3.5 分析步骤

6.3.5.1 相对校正因子的测定

相对校正因子的测定方法见附录 C。

6.3.5.2 样品测定

在 50 mL 具塞三角瓶中,加入 0.02 g(填充柱气相色谱法)或 0.01 g(毛细管柱气相色谱法)癸二酸二甲酯(内标物),再加入 10 g 实验室样品,以上称量均精确至 0.000 2 g,混匀。在推荐的色谱分析条件下,将此混合物进行色谱分析。

6.3.6 结果计算

各组分的质量分数 w_i ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i m_s}{A_s m} \times f_i \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i ——组分 i 峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);

m_s ——内标物质量的数值,单位为克(g);

A_s ——内标物峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

f_i ——组分 i 相对内标物的校正因子的数值。

注:出现未知组分时,以邻近组分相对校正因子计算。

6.3.6.1 丙烯酸含量计算

丙烯酸的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_1 = 100 - w(\text{水}) - \sum w_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(\text{水})$ ——6.5 测得的水的质量分数,数值以 % 表示;

$\sum w_i$ ——样品中有机杂质(不包括丙烯酸二聚体)质量分的总和。

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

6.3.6.2 总醛含量计算

总醛的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \sum w_i \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$\sum w_i$ ——样品中丙烯醛、糠醛、苯甲醛质量分的总和,数值以%表示。

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 0.0003%。

6.3.7 仲裁法

仲裁法为填充柱气相色谱法。

6.4 色度的测定

6.4.1 目视比色法

按 GB/T 17530.3 的规定进行。

6.4.2 色差计法(仲裁法)

6.4.2.1 方法提要

基于色度学的基本原理,通过色差计测得样品在 420 nm~710 nm 的透光度,与色度标准比较,以 Hazen 单位(铂-钴色号)表示结果。

6.4.2.2 仪器

6.4.2.2.1 色差计:光谱范围:420 nm~710 nm,带宽 20 nm,重复性:(xy)±0.0004,透射率:±0.5%,光程长度:10 mm~50 mm;

6.4.2.2.2 比色皿:玻璃材质,长 50 mm,宽 10 mm。

6.4.2.3 试剂

0 号铂-钴标准溶液:按 GB/T 3143—1982(2004)配制。

6.4.2.4 测定步骤

待仪器自检结束后,将 0# 铂-钴标准溶液移入比色皿,置于测量槽中,调整仪器零点。将实验室样品移入比色皿,置于测量槽,选择所需色度标准与光程后,读取结果。

6.5 水分的测定

6.5.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 6283—1986 的规定进行。

用注射器称取实验室样品约 2 g,精确至 0.001 g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

6.5.2 气相色谱法

按 GB/T 2366 的规定进行。

典型色谱操作条件参见附录 D 表 D.1,典型色谱图参见附录 D 图 D.1。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

6.6 阻聚剂的测定

按 GB/T 17530.5 的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

本标准采用出厂检验。表 1 技术要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 组批

桶装产品以一次包装量为一批。罐装产品以车罐或船罐的单位包装量为一批。

7.3 采样

按 GB/T 6678—2003 和 GB/T 6680—2003 的规定采样。

7.4 判定规则与复检

检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检,复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

7.5 检验

工业用丙烯酸应由生产厂的质量检验部门按本标准检验,生产厂应保证出厂的产品均符合本标准要求,每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:生产厂名称、产品名称、产品批号或生产日期和本标准的编号等。

用户应在收到工业用丙烯酸 15 天之内检验质量是否符合本标准的要求。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

工业用丙烯酸包装容器上应有牢固的标志,标明产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、质量等级、净含量、本标准编号以及 GB 190—1990 中规定的“腐蚀品”和“易燃液体”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“向上”和“怕晒”标志。

8.2 包装

工业用丙烯酸应采用清洁干燥的全塑桶或加衬钢桶包装或采用罐体材料为不锈钢的能够防冻保温的火车、汽车等罐体灌装。桶装时每桶净含量 200 kg,或者按用户要求的规格包装。桶口、罐口应予加垫密封,严防产品渗出或水渗入。

8.3 运输

工业用丙烯酸运输时按危险化学品的有关规定进行运输,运输时,应轻拿轻放,防止碰撞。

8.4 贮存

工业用丙烯酸易冻、易聚合,应贮存在 15℃~30℃ 的库房内。

9 安全

9.1 工业用丙烯酸具有腐蚀性并易燃、易爆、易聚合。提醒使用者要避免皮肤接触及接触明火,要防冻、防晒、切勿倒置及猛烈撞击。

9.2 工业用丙烯酸结冻时,如果采取不恰当的解冻方法,会导致激烈聚合。建议用不超过 35℃ 的温水对丙烯酸解冻。不得从部分冻结的容器中将母液排走。在任何情况下均不可使用蒸汽解冻丙烯酸。不得使用电加热解冻丙烯酸。

附录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ASTM D 4416:2004 标准章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ASTM D 4416:2004 标准章条编号对照的一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ASTM D 4416:2004 标准章条编号对照

本标准章条编号	对应 ASTM D 4416:2004 标准的章条编号
1	1.1
2	2
3	—
4	3.1
5	3.1
6.1	6
6.2	—
6.3	5.1.1
6.4	5.1.3
6.5	5.1.2
6.6	5.1.4
7	—
8	7
9	1.4

附录 B
(资料性附录)

气相色谱法测定丙烯酸含量和总醛含量典型色谱图及相对保留时间、相对校正因子推荐值

B.1 填充柱典型色谱图(见图 B.1)

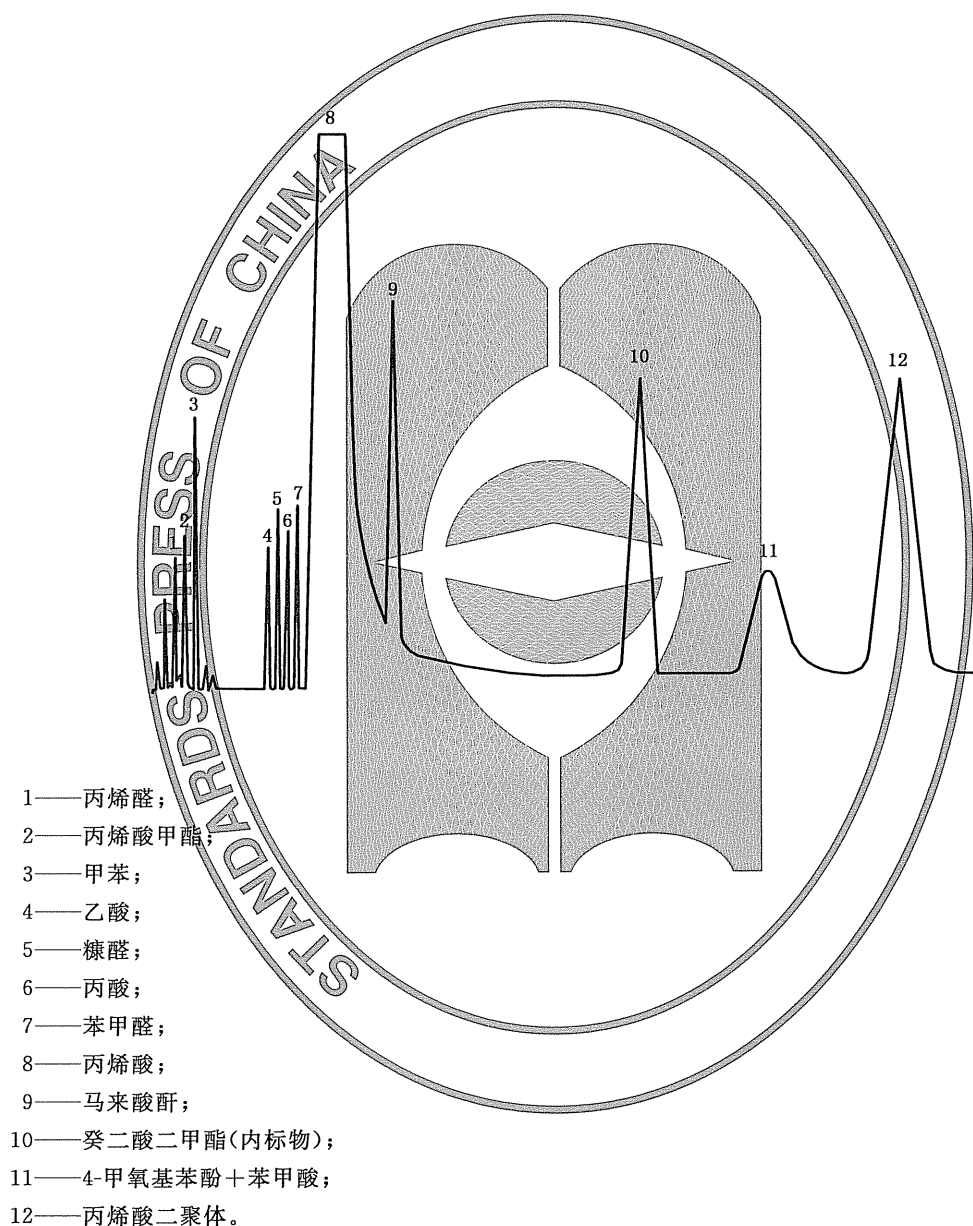
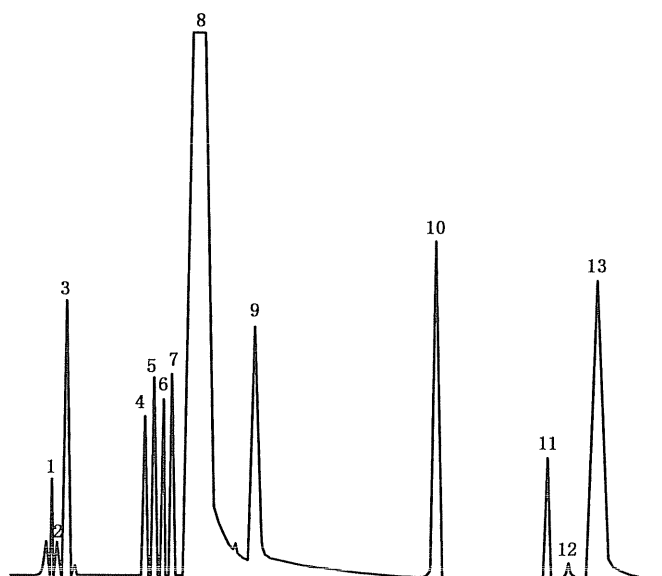


图 B.1 丙烯酸含量和总醛含量填充柱典型色谱图

B.2 毛细管柱典型色谱图(见图 B.2)



- 1—丙烯醛;
- 2—丙烯酸甲酯;
- 3—甲苯;
- 4—乙酸;
- 5—糠醛;
- 6—丙酸;
- 7—苯甲醛;
- 8—丙烯酸;
- 9—马来酸酐;
- 10—癸二酸二甲酯(内标物);
- 11—4-甲氧基苯酚;
- 12—苯甲酸;
- 13—丙烯酸二聚体。

图 B.2 丙烯酸含量和总醛含量毛细管柱典型色谱图

B.3 相对保留时间及相对校正因子值(见表 B.1)

表 B.1 相对保留时间及相对校正因子值

组分	填充柱相对保留时间	填充柱相对校正因子	毛细管柱相对保留时间	毛细管柱相对校正因子
丙烯醛	0.08	1.74	0.24	0.94
丙烯酸甲酯	0.13	1.44	0.25	0.88
甲苯	0.21	0.57	0.28	0.34
乙酸	0.54	2.32	0.61	1.75
糠醛	0.66	1.49	0.69	0.91
丙酸	0.76	1.45	0.80	1.13

表 B.1 (续)

组分	填充柱相对保留时间	填充柱相对校正因子	毛细管柱相对保留时间	毛细管柱相对校正因子
苯甲醛	0.88	1.00	0.88	0.62
丙烯酸	1.00	—	1.00	—
马来酸酐	1.51	2.12	1.58	3.65
内标物	3.30	1.00	3.31	1.00
4-甲氧基苯酚	4.00	—	4.01	—
苯甲酸	4.00	—	4.16	0.45
丙烯酸二聚体	4.44	4.38	4.36	4.61

附 录 C
(规范性附录)
相对校正因子的测定

C.1 方法提要

通过测定已知质量比的内标物和样品中杂质组分组成的校准用标准样品,各杂质组分与内标物的响应值之比即为其相对质量校正因子。

C.2 试剂

- C.2.1 丙烯酸:色谱纯或质量分数不小于 99.2%工业品;
C.2.2 丙烯醛:色谱纯;
C.2.3 丙烯酸甲酯:色谱纯;
C.2.4 甲苯:色谱纯;
C.2.5 乙酸:色谱纯;
C.2.6 糠醛:色谱纯;
C.2.7 丙酸:色谱纯;
C.2.8 苯甲醛:色谱纯;
C.2.9 马来酸酐:色谱纯;
C.2.10 苯甲酸:色谱纯;
C.2.11 丙烯酸二聚体:色谱纯;
C.2.12 癸二酸二甲酯:质量分数不小于 99.4%,内标物。

C.3 相对校正因子的测定

在预先称量的 100 mL 容量瓶中加入适量丙烯醛、丙烯酸甲酯、甲苯、乙酸、糠醛、丙酸、苯甲醛、马来酸酐、苯甲酸、丙烯酸二聚体和癸二酸二甲酯(内标物),其加入量要分别称量,并均精确至 0.000 2 g。再用丙烯酸稀释至刻度,充分摇匀,配制成与样品中各组分含量相近的校准用标准样品,在与测定样品相同的色谱分析条件下,将上述标准样品重复测定三次,将作为稀释剂的丙烯酸重复测定三次,分别测得各组分及内标物的峰面积。

C.4 相对校正因子的计算

各组分相对内标物的校正因子 f_i 按式(C.1)计算:

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

式中:

- A_s ——内标物峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
 m_i ——标准样品中组分 i 质量的数值,单位为克(g);
 A_i ——组分 i 峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
 A_{i0} ——丙烯酸中组分 i 测定三次峰面积的平均值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
 m_s ——标准样品中内标物质量的数值,单位为克(g)。

C.5 相对校正因子的定期测定

相对校正因子应实际测定,并应定期进行校验。

附录 D

(资料性附录)

气相色谱法测定丙烯酸中水分的典型色谱操作条件及典型色谱图

D.1 气相色谱法测定丙烯酸中水分的典型色谱操作条件(见表 D.1)

表 D.1 气相色谱法测定丙烯酸中水分的典型操作条件

项目	分析条件
仪器	气相色谱仪,配有热导检测器
载气	氢气,体积分数不低于 99.8 %
色谱柱	$\phi 3 \text{ mm} \times 2 \text{ m}$ 不锈钢柱
填充物	GDX-101(0.175 mm~0.246 mm)
温度	汽化室:200℃,柱箱:160℃,检测器:200℃
检测器桥流	100 mA
载气流速	50 mL/min
进样量	1 μL

D.2 气相色谱法测定丙烯酸中水分的典型色谱图(见图 D.1)

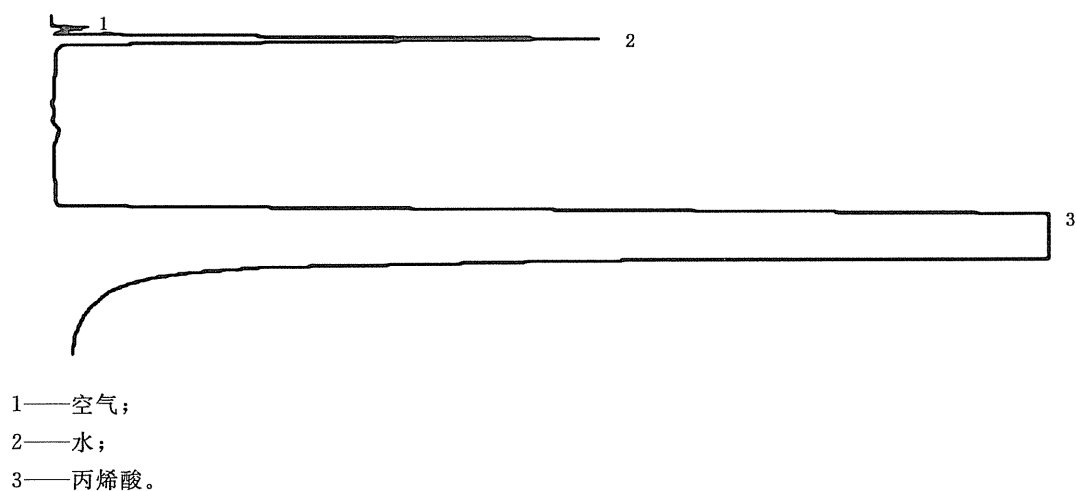


图 D.1 气相色谱法测定丙烯酸中水分的典型色谱图

中华人民共和国
国家标准
工业用丙烯酸及酯
第1部分:工业用丙烯酸
GB/T 17529.1—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

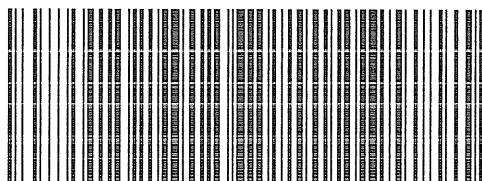
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32512 定价: 12.00元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 17529.1—2008