



中华人民共和国国家标准

GB/T 7717.12—2008
代替 GB/T 7717.12—1994

工业用丙烯腈 第 12 部分：纯度及杂质含量的测定 气相色谱法

Acrylonitrile for industrial use—
Part 12: Determination of purity and impurities—
Gas chromatographic method

2008-06-19 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 7717《工业用丙烯腈》预计分为如下几部分：

- 第 1 部分：规格；
- 第 5 部分：酸度、pH 值和滴定值的测定；
- 第 8 部分：总醛含量的测定 分光光度法；
- 第 9 部分：总氰含量的测定 滴定法；
- 第 10 部分：过氧化物含量的测定 分光光度法；
- 第 11 部分：铁、铜含量的测定 分光光度法；
- 第 12 部分：纯度及杂质含量的测定 气相色谱法；
- 第 15 部分：对羟基苯甲醚含量的测定 分光光度法。

本部分为 GB/T 7717 的第 12 部分。

本部分修改采用 ASTM E1863:2007《气相色谱法分析丙烯腈的标准试验方法》(英文版),本部分与 ASTM E1863:2007 的结构性差异参见附录 A。

本部分与 ASTM E1863:2007 的主要差异为：

- 增加了各杂质的测定范围,并取消了甲基丙烯酸甲酯杂质的测定；
- 用 FFAP 毛细管色谱柱代替 Supelcowax 10 专利柱；
- 将分流比调整为 50 : 1,并将色谱柱初始温度由 50 ℃调整为 60 ℃；
- 规范性引用文件中采用现行国家标准；
- 采用了自行确定的重复性限(r)。

本部分代替 GB/T 7717.12—1994《工业用丙烯腈中乙腈、丙酮和丙烯醛含量的测定 气相色谱法》。

本部分与 GB/T 7717.12—1994 相比的主要变化如下：

- 将部分名称改为《工业用丙烯腈纯度和杂质含量的测定 气相色谱法》；
- 以 FFAP 毛细管柱代替原标准的填充柱；
- 修改了校准混合物的配制方法和校正因子的计算公式；
- 重新确定了重复性限(r)。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会石油化学分会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本部分主要起草人：唐琦民、王川。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 7717.12—1987、GB/T 7717.12—1994。

工业用丙烯腈

第 12 部分：纯度及杂质含量的测定

气相色谱法

1 范围

1.1 本部分规定了测定工业用丙烯腈纯度和杂质含量的气相色谱法。这些杂质包括乙醛、丙酮、丙烯醛、苯、甲基丙烯腈、乙腈、噁唑、丙腈、顺-丁烯腈和反-丁烯腈等。

1.2 本部分适用于测定丙烯腈含量不低于 99% (质量分数), 丙烯醛含量不低于 0.000 1% (质量分数), 其他杂质不低于 0.001% (质量分数) 的丙烯腈试样。

1.3 本部分并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施, 保证符合国家有关法规的规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 7717 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件, 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。凡是不注明日期的引用文件, 其最新版本适用于本部分。

- GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则 (GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法 (通用方法)
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 7717.15 工业用丙烯腈中对羟基苯甲醚含量的测定 分光光度法
- GB/T 8170 数值修约规则

3 方法提要

液态试样气化后通过毛细管色谱柱, 使待测定的各组分分离, 用氢火焰离子化检测器 (FID) 检测, 记录各杂质组分的色谱峰面积, 采用内标法定量。丙烯腈纯度由 100.00 扣减本部分测定的杂质和用其他部分方法测定的其他杂质 (如水分) 总量求得。

4 试剂与材料

- 4.1 载气: 高纯氮气, 纯度 $\geq 99.995\%$ (体积分数)。
- 4.2 甲苯, 内标物, 纯度 $\geq 99.0\%$ (质量分数)。
- 4.3 丙烯腈: 用作配制标样的基液, 纯度应不低于 99.5% (质量分数)。
- 4.4 标准试剂: 供测定校正因子用, 包括乙醛、丙酮、丙烯醛、乙腈、苯、甲基丙烯腈、噁唑、丙腈、顺-丁烯腈和反-丁烯腈等, 其纯度应 $\geq 99\%$ (质量分数)。

5 仪器

- 5.1 色谱仪: 配置氢火焰离子化检测器 (FID) 和分流进样系统, 并能按表 1 条件操作的任何气相色谱仪, 该仪器对本部分所规定杂质的最低检测浓度所产生的峰高应至少大于噪声的两倍。
- 5.2 色谱柱, 推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1, 典型色谱图见图 1。能给出同等分离的其他色谱柱