



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7717.12—2022

代替 GB/T 7717.12—2008

## 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

2022-07-11 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 7717《工业用丙烯腈》的第 12 部分。GB/T 7717 已经发布了以下部分：

- 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；
- 第 16 部分：铁、铜含量的测定 石墨炉原子吸收光谱法和电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替 GB/T 7717.12—2008《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》，与 GB/T 7717.12—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围，重新规定了方法检测限(见第 1 章，2008 年版的第 1 章)；
- b) 更改了色谱柱规格及色谱条件，增加了新的 FFAP 毛细管色谱柱(60 m×0.32 mm×1.0 μm)及色谱条件(见 6.2，2008 年版的 7.1)；
- c) 增加了针对低含量杂质测定的色谱条件(见 6.2)；
- d) 定量方法增加了校正面积归一化法(见 4.2、8.3)；
- e) 增加了丙烯醛、丙腈和甲基丙烯腈校正因子的替代方案(见 8.2.3、8.3.3)；
- f) 更改了纯度计算公式中扣除杂质的种类(见 8.2.3，2008 年版的 8.1.2)；
- g) 重新确定了方法的重复性限，增加了再现性限(见第 10 章，2008 年版的第 9 章)；
- h) 增加了质量控制(见第 11 章)；
- i) 删除了原附录 A。在增加的附录 A 中，规定了使用内标法时丙烯腈对甲苯(内标物)相对质量校正因子的计算方法，增加色谱图 A.1(见附录 A，2008 年版的附录 A)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院、上海赛科石油化工有限责任公司、中国石化上海石油化工股份有限公司。

本文件主要起草人：钟鸣、李继文、姜丽燕、刘朝霞、葛勤芬、白艳华、王川。

本文件于 1987 年首次发布，1994 年第一次修订，2008 年第二次修订，本次为第三次修订。

## 引 言

GB/T 7717《工业用丙烯腈》包括工业用丙烯腈的产品标准和配套方法标准,为了方便管理和使用,由以下部分组成:

- 第1部分:规格。规定了工业用丙烯腈的产品分类、技术要求和试验方法、取样、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。
- 第5部分:酸度、pH值和滴定值的测定。根据化学滴定测定酸度;pH计测定pH值;电位滴定测定滴定值。
- 第8部分:总醛含量的测定 分光光度法。是将总醛和衍生试剂反应,生成有色的阴离子染料,测定其吸光度值,计算总醛含量。
- 第9部分:总氰含量的测定 滴定法。是用碘化钾碱性溶液萃取样品中的氰根,使之成为可溶性盐,以硝酸银标准滴定溶液滴定计算总氰含量。
- 第10部分:过氧化物含量的测定 分光光度法。是在乙酸酐的作用下,过氧化物与碘化钾反应生成黄色的碘离子,通过测定溶液的吸光度值,计算过氧化物的含量。
- 第11部分:铁、铜含量的测定 分光光度法。是将样品蒸干并用混合酸消化除去有机物,将铁离子和铜离子分别和衍生试剂反应后,生成带色的络合物,用分光光度计进行测定,计算铁、铜的含量。
- 第12部分:纯度及杂质含量的测定 气相色谱法。是用气相色谱法测定丙烯腈样品的纯度和杂质含量。
- 第15部分:对羟基苯甲醚含量的测定。包括分光光度法和气相色谱法。其中分光光度法采用紫外分光光度计在295 nm处直接测定样品吸光度,计算出对羟基苯甲醚的含量;气相色谱法采用气相色谱仪分离和测定对羟基苯甲醚的含量。
- 第16部分:铁、铜含量的测定 石墨炉原子吸收光谱法和电感耦合等离子体质谱法。其中石墨炉原子吸收光谱法是将样品用乙醇稀释后,分别在铁和铜元素的特征波长处测定吸光度,计算出铁、铜含量;电感耦合等离子体质谱法是将样品用乙醇稀释后,加入内标溶液,利用铁和铜的特征质量数采集质谱信号,计算出铁、铜含量。

# 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

**警示**——本文件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。

#### 1 范围

本文件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。

本文件适用于测定纯度不低于 99%(质量分数)的丙烯腈试样,其中表 1 中条件 1 适合于含量不低于 10.0 mg/kg 的杂质和丙烯腈纯度的测定,条件 2 适用于含量为 2.0 mg/kg ~ 10.0 mg/kg 的杂质(甲基丙烯腈除外)的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则

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 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分:液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 7717.5 工业用丙烯腈 第 5 部分:酸度、pH 值和滴定值的测定

GB/T 7717.15 工业用丙烯腈 第 15 部分:对羟基苯甲醚含量的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 方法提要

##### 4.1 内标法

将加入内标的丙烯腈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,记录各组分的色谱峰面积,采用内标法计算各杂质的含量。丙烯腈纯度由 100.00%(质量分数)扣减本文件测定的杂质和用其他方法测定的水分、酸度和对羟基苯甲醚总量求得。