



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7717.15—94

---

## 工业用丙烯腈中对羟基苯甲醚 含量的测定 分光光度法

Acrylonitrile for industrial use—Determination  
of content of *p*-hydroxyanisole—Spectrophotometric method

1994-07-04 发布

1995-04-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 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 7717.15-94

Acrylonitrile for industrial use—Determination of content of  
*p*-hydroxylanisole—Spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定工业用丙烯腈中对羟基苯甲醚(MEHQ)含量的分光光度法。

本标准适用于对羟基苯甲醚含量大于 0.000 5% (*m/m*) 的工业用丙烯腈试样。

注：凡在 295 nm 处有吸收的杂质均干扰测定，经验表明，在超过贮存保证期的丙烯腈中可能产生在该波长有吸收的杂质，因此本标准只适用于色度规格符合指标规定的工业用丙烯腈。

### 2 引用标准

GB/T 3723 工业用化学产品采样的安全通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

### 3 方法提要

用紫外分光光度计，在 295 nm 处直接测定试样中对羟基苯甲醚的吸光度，根据标准曲线求出对羟基苯甲醚的含量。

### 4 试剂与溶液

除另有注明外，所用试剂均为分析纯，所用的水均符合 GB 6682 规定的三级水规格。

#### 4.1 对羟基苯甲醚(MEHQ)。

#### 4.2 氢氧化钠溶液：4% (*m/m*) 的水溶液。

4.3 不含 MEHQ 丙烯腈的制备：在 500 mL 分液漏斗中，注入 100 mL 丙烯腈和 200 mL 氢氧化钠溶液(4.2)进行振摇，放去水层，保留丙烯腈液层。另取丙烯腈，重复上述抽提过程，直至累积起来有 500 mL 经过处理的丙烯腈为止。然后将此经过处理的丙烯腈蒸馏，收集沸点为 75.5~79.5℃ 的中间馏分。

### 5 仪器与设备

#### 5.1 紫外分光光度计：配备 1 cm 厚度的石英吸收池。

#### 5.2 容量瓶：50、100 mL。

#### 5.3 分液漏斗：500 mL。

国家技术监督局 1994-07-04 批准

1995-04-01 实施

5.4 滴定管:25 mL,分度为0.1 mL。

5.5 移液管:10 mL。

5.6 分析天平:感量0.1 mg。

## 6 采样

按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 的规定采取样品。

## 7 分析步骤

### 7.1 标准曲线的绘制

7.1.1 称取 0.160 g(精确至 0.001 g)MEHQ(4.1),定量转移至 100 mL 容量瓶中,加入 50 mL 无 MEHQ 的丙烯腈(4.3),摇动使其溶解,再用无 MEHQ 的丙烯腈稀释至刻度,混匀。此溶液 MEHQ 的浓度为 0.2%(m/m)。

7.1.2 用移液管吸取上述溶液 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用无 MEHQ 的丙烯腈稀释至刻度,混匀,该溶液 MEHQ 的浓度为 0.02%(m/m)。

7.1.3 在四只 50 mL 容量瓶中,用滴定管分别加 5.0、7.5、10.0 和 12.5 mL 0.02%(m/m)MEHQ 溶液(7.1.2),用无 MEHQ 的丙烯腈稀释至刻度,混匀。这些溶液分别含有 0.002%、0.003%、0.004%、0.005%(m/m)的 MEHQ,另取一个 50 mL 容量瓶,加入无 MEHQ 丙烯腈至刻度,作为对照溶液。用 1 cm 的吸收池,以水作参比,测量上述各溶液在 295 nm 处的吸光度。

7.1.4 以 MEHQ 的质量百分含量为横坐标,相应的净吸光度(不同含量 MEHQ 溶液的吸光度减去对照溶液的吸光度)为纵坐标绘制标准曲线。

### 7.2 试样测定

以无 MEHQ 的丙烯腈(4.3)作对照溶液,在 295 nm 波长处,以水作参比,直接测定试样和对照溶液的吸光度。根据测得的净吸光度(试样的吸光度减去对照溶液的吸光度)在标准曲线上查得相对应的 MEHQ 质量百分含量。

## 8 分析结果的表示

### 8.1 计算

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果。两次重复测定结果之差应符合第 9 章精密度的规定。测定结果应精确至 0.000 1%。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作人员,用同一台仪器,在相同的操作条件下,用正常和正确的操作方法对同一试样进行两次重复测定,其测定值之差应不大于其平均值的 5%(95%置信水平)。

## 10 报告

报告应包括如下内容:

- 有关样品的全部资料,例如样品的名称、批号、采样点、采样日期、时间等。
- 本标准代号。
- 分析结果。
- 测定时观察到的任何异常现象的细节及其说明。
- 分析人员的姓名及分析日期等。

**附加说明：**

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会归口。

本标准由上海石油化工股份有限公司化工二厂负责起草。

本标准主要起草人梁成发、俞婉青、孙家萃、顾晓敏。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM E1 178—87《丙烯腈分析的标准试验方法》。