

ICS 71.080.60  
G 17  
备案号: 48616—2015

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4773—2014

## 羰基合成法制醋酸用甲醇

Methanol for OXO-synthesis acetic acid

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会 (SAC/TC63/SC2) 归口。

本标准负责起草单位：惠生（南京）清洁能源股份有限公司、南化集团研究院、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、中国石化集团四川维尼纶厂。

本标准参加起草单位：江苏索普（集团）有限公司、上海焦化有限公司。

本标准主要起草人：王树勤、孙雪玲、赵静、马立华、张金勇、邱爱玲、郭燕玲、李彬、葛立新、翟晓霞。

# 羰基合成法制醋酸用甲醇

警告：本标准并不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和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

## 1 范围

本标准规定了羰基合成法制醋酸用甲醇的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于羰基合成法制醋酸用甲醇。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志
- GB 338—2011 工业用甲醇
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- 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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 要求

- 3.1 性状：无色透明液体，无异臭味、无可见杂质。
- 3.2 羰基合成法制醋酸用甲醇应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	5	5
密度( $\rho_{20}$ )/(g/cm <sup>3</sup> )	0.791~0.792	0.791~0.793
沸程 <sup>a</sup> (0℃,101.3 kPa)/℃	0.8	1.0
高锰酸钾试验/min	50	30
水混溶性试验	通过试验(1+3)	通过试验(1+9)
水分,w/%	0.10	0.15
酸(以 HCOOH 计),w/%	0.001 5	0.003 0
或碱(以 NH <sub>3</sub> 计),w/%	0.000 2	0.000 8
羰基化合物(以 HCHO 计),w/%	0.002	0.005
蒸发残渣,w/%	0.001	0.003
硫酸洗涤试验/Hazen 单位(铂-钴色号)	50	50
乙醇,w/%	0.005	0.010
氯离子,w/%	0.000 01	0.000 03
铁,w/%	0.000 010	0.000 015
三甲胺,w/%	供需双方协商	
<sup>a</sup> 包括 64.6℃±0.1℃。		

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些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。

4.2 一般规定

本标准中离子色谱法所用的水为电阻率≥18 MΩ·cm 的纯水。其他方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

分析中所用标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的要求制备。

4.3 性状的测定

按 GB 338—2011 中 4.3 的规定进行。

4.4 色度的测定

按 GB 338—2011 中 4.4 的规定进行。

4.5 密度的测定

按 GB 338—2011 中 4.5 的规定进行。

4.6 沸程的测定

按 GB 338—2011 中 4.6 的规定进行。

4.7 高锰酸钾试验

按 GB 338—2011 中 4.7 的规定进行。

4.8 水混溶性试验

按 GB 338—2011 中 4.8 的规定进行。

#### 4.9 水分的测定

按 GB 338—2011 中 4.9 的规定进行。

#### 4.10 酸含量或碱含量的测定

按 GB 338—2011 中 4.10 的规定进行。

#### 4.11 羰基化合物含量的测定

按 GB 338—2011 中 4.11 规定的方法进行。

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这两个测定值的算术平均值的 10 %。

#### 4.12 蒸发残渣含量的测定

按 GB 338—2011 中 4.12 的规定进行。

#### 4.13 硫酸洗涤试验

按 GB 338—2011 中 4.13 的规定进行。

#### 4.14 乙醇含量的测定

按 GB 338—2011 附录 D 规定的方法进行。

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这两个测定值的算术平均值的 10 %。

#### 4.15 氯离子的测定

##### 4.15.1 原理

采用离子色谱法，在选定的工作条件下离子在固定相和流动相之间有不同的分配系数，当流动相将样品带到分离柱时，由于各种离子对离子交换树脂的相对亲和力不同，样品中的各离子被分离，由电导检测器检测，并绘出各离子的色谱图，以保留时间定性，外标法定量。

##### 4.15.2 试剂

4.15.2.1 甲醇：色谱纯，不含氯离子，在本标准试验条件下氯离子不出峰。

4.15.2.2 氯离子标准储备溶液：0.1 mg/mL。

4.15.2.3 氯离子标准溶液：10  $\mu$ g/mL。

量取 10.00 mL 氯离子标准储备溶液（4.15.2.2）于 100 mL 容量瓶中，用甲醇（4.15.2.1）稀释至刻度，摇匀。

4.15.2.4 氯离子标准溶液：1  $\mu$ g/mL。

量取 10.00 mL 氯离子标准溶液（4.15.2.3）于 100 mL 容量瓶中，用甲醇（4.15.2.1）稀释至刻度，摇匀。

##### 4.15.3 仪器

4.15.3.1 离子色谱仪：配有电导检测器。该仪器对本标准规定的最低测定浓度的杂质产生的峰高应至少大于噪声的 2 倍。

4.15.3.2 进样器：2 mL，最小分刻度为 0.1 mL。

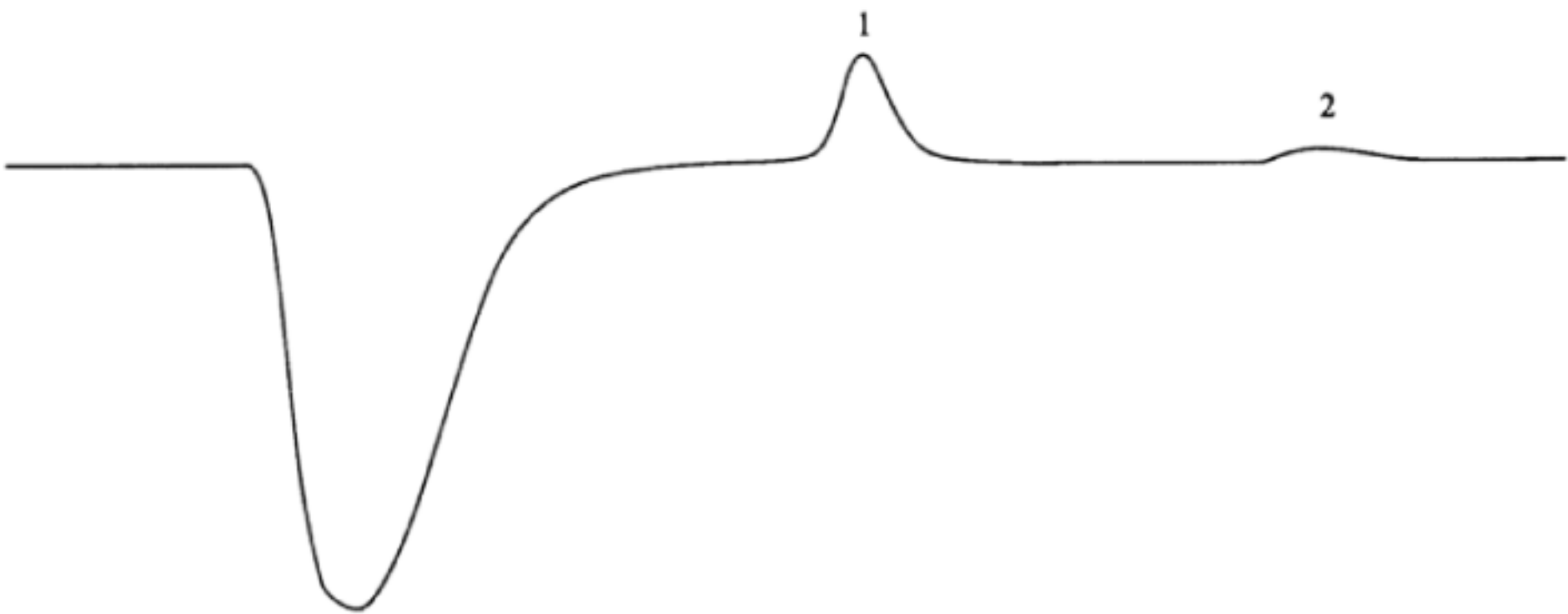
4.15.3.3 记录仪：色谱数据工作站。

4.15.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件。

推荐的离子色谱柱和典型色谱操作条件见表 2，典型样品的色谱图见图 1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的离子色谱柱和典型的色谱操作条件

色谱柱	苯乙烯/二乙烯基苯共聚物高度交联色谱柱
柱长	250 mm
柱内径	4.6 mm
量程	2
淋洗液	0.024 mol/L 碳酸钠+0.030 mol/L 碳酸氢钠
淋洗液流量	1.0 mL/min
定量环	100 μL



说明：  
1 氯离子色谱峰（保留时间 5.4 min）；  
2 未知物。

图 1 典型样品的色谱图

4.15.4 分析步骤

4.15.4.1 仪器调节

仪器启动后进行必要的调节，以达到表 2 所列的条件或满足同等分离度的其他适宜条件。仪器稳定后即可进行测定。

4.15.4.2 工作曲线绘制

量取氯离子标准溶液（4.15.2.4）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL，分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中，用甲醇（4.15.2.1）稀释至刻度，摇匀。其相当于氯离子的质量分别为 0 μg、1 μg、2 μg、4 μg、8 μg。

用注射器量取上述各标准溶液 2.0 mL 注入色谱仪，测定氯离子的峰面积，用色谱工作站进行数据处理，绘制工作曲线。

4.15.4.3 样品测定

用注射器量取试样 2.0 mL，置换定量管 2~3 次，然后将阀旋到进样位，开始采集信号，测定氯离子的峰面积。从工作曲线上查出被测溶液中氯离子质量 *m*。

4.15.5 结果计算

甲醇中氯离子的质量分数 *w*<sub>1</sub>，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m \times 10^{-6}}{100\rho_t} \times 100\%$$

.....（1）

式中：

*m*——从工作曲线上查得氯离子的质量的数值，单位为微克（μg）；



$\rho_t$ ——测定温度  $t$  时的甲醇试样的密度的数值，单位为克每立方厘米 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

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这两个测定值的算术平均值的 20 %。

#### 4.16 铁含量的测定

##### 4.16.1 原理

在试样中加入盐酸羟胺，铁被还原成 2 价态化合物，在 pH 为 2~9 的条件下 2 价铁离子与 1,10-菲啰啉反应生成橙红色络合物，在 510 nm 波长处对此络合物进行吸光度测定。

##### 4.16.2 试剂

4.16.2.1 盐酸溶液：180 g/L。

4.16.2.2 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

4.16.2.3 1,10-菲啰啉溶液：1 g/L。

称取 0.10 g 1,10-菲啰啉，加少量水振摇至溶解，用水稀释至 100 mL，避光保存。

4.16.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：20 °C 时 pH=4.5。

4.16.2.5 铁标准溶液：0.1 mg/mL。

4.16.2.6 铁标准溶液：1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 1.00 mL 铁标准溶液 (4.16.2.5)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

##### 4.16.3 仪器

分光光度计：具有 510 nm 波长。

##### 4.16.4 分析步骤

###### 4.16.4.1 工作曲线的绘制

量取铁标准溶液 (4.16.2.6) 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加水稀释至约 60 mL，用盐酸溶液 (4.16.2.1) 调至 pH 为 2 (用精密 pH 试纸检查)。向每个容量瓶中依次加入 2 mL 盐酸羟胺溶液 (4.16.2.2)、10 mL 1,10-菲啰啉溶液 (4.16.2.3) 和 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (4.16.2.4)，每加一种试剂均需摇匀，用水稀释至刻度，摇匀后放置不少于 15 min。

在分光光度计 510 nm 波长处，用 5 cm 比色皿，以空白溶液作参比，测定溶液的吸光度。

以所得的吸光度值为纵坐标、相应的铁质量为横坐标绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

###### 4.16.4.2 测定

量取一定量的试样，使其相应的铁含量为 0~9  $\mu\text{g}$ ，置于 100 mL 容量瓶中，按 4.16.4.1 中“加水约至 60 mL……测定溶液的吸光度”的步骤进行。

##### 4.16.5 结果计算

根据测得的试液的吸光度值，从工作曲线上查得相应的铁质量或用线性回归方程计算出铁质量。

甲醇中铁质量分数  $w_2$ ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{m \times 10^{-6}}{\rho_t V} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m$ ——从工作曲线上查得的铁质量的数值，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$\rho_t$ ——测定温度  $t$  时甲醇试样的密度的数值，单位为克每立方厘米 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )；

$V$ ——试样的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

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这两个测定值的算术平均值的 20 %。

4.17 三甲胺含量的测定

4.17.1 方法提要

在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管色谱柱，各组分得以分离，用氮磷检测器（NPD）检测。用内标法定量，计算出三甲胺的质量分数。

4.17.2 试剂

4.17.2.1 甲醇：色谱纯，不含三甲胺及内标物，在本标准试验条件下三甲胺不出峰。

4.17.2.2 乙腈内标物：色谱纯，不含三甲胺。

4.17.2.3 三甲胺标准储备溶液：792 mg/L。

称取 1.280 g 三甲胺盐酸盐 $[(CH_3)_3N \cdot HCl]$ ，精确至 0.1 mg。置于 100 mL 烧杯中，加水完全溶解，转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.17.2.4 三甲胺标准溶液：1 mg/kg。

量取三甲胺标准储备溶液（4.17.2.3）1.00 mL，置于 1 000 mL 容量瓶中，用甲醇（4.17.2.1）稀释至刻度，摇匀。

4.17.2.5 乙腈内标溶液：为 7 860 mg/L。

量取乙腈（4.17.2.2）1.00 mL，置于预先加入约 75 mL 甲醇（4.17.2.1）的 100 mL 容量瓶中，用甲醇（4.17.2.1）稀释至刻度，摇匀。

4.17.2.6 氮气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.17.2.7 氢气：体积分数不低于 99.999 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.17.2.8 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.17.3 仪器

4.17.3.1 气相色谱仪：配有氮磷检测器（NPD）和分流/不分流进样口。该仪器对本标准规定的最低测定浓度的杂质产生的峰高应至少大于噪声的 2 倍。

4.17.3.2 进样器：2  $\mu$ L 和 50  $\mu$ L 微量注射器。

4.17.3.3 记录仪：色谱工作站。

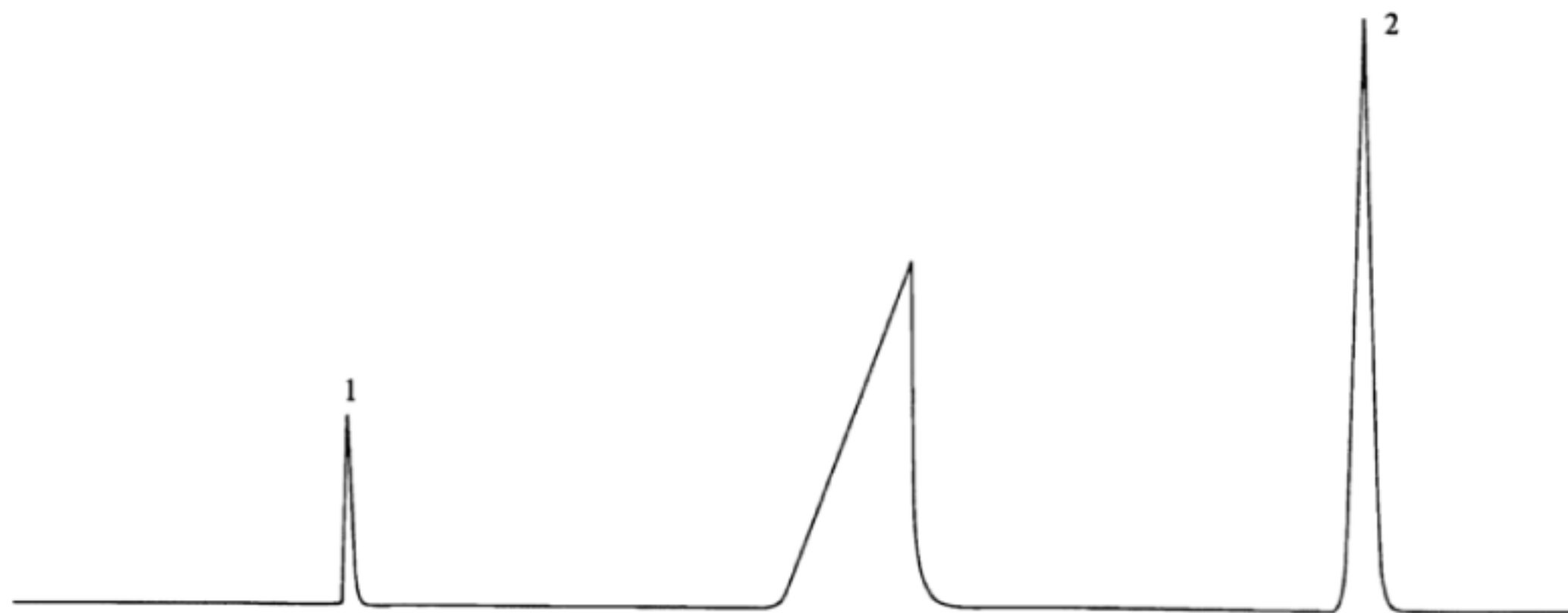
4.17.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件。

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 3，典型的毛细管柱色谱图见图 2。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 3 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	聚乙二醇键合交联毛细管柱
柱长	30 m
柱内径	0.53 mm
膜厚	0.5 $\mu$ m
柱箱温度	45 $^{\circ}$ C
进样器温度	250 $^{\circ}$ C
检测器温度	300 $^{\circ}$ C
载气流量	2.5 mL/min
分流比	20 : 1





说明：  
1——三甲胺（保留时间 3.2 min）；  
2——乙腈（保留时间 7.8 min）。

图 2 典型的毛细管柱色谱图

4.17.4 分析步骤

4.17.4.1 工作曲线的绘制

4.17.4.1.1 标准溶液的配制

量取三甲胺标准溶液（4.17.2.4）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、7.50 mL，分别置于 5 个洁净、干燥的 100 mL 容量瓶中，加入甲醇（4.17.2.1）至约 60 mL，分别向每个容量瓶加入 504 μL 内标溶液（4.17.2.5），用甲醇（4.17.2.1）稀释至刻度，摇匀。标准溶液中含乙腈 4.96 mg/kg。

4.17.4.1.2 响应因子的测定

色谱仪启动后进行必要的调节，以达到表 3 所列的条件或满足同等分离度的其他适宜条件。待仪器稳定后，分别进标样 2.0 μL 进行分析。典型的色谱图如图 2 所示。测得三甲胺的峰面积经过空白校正后，按公式（3）计算每个标准样品的比率  $r$ ：

$$r = \frac{A_i}{A_s} \dots\dots\dots (3)$$

式中：  
 $A_i$ ——三甲胺的峰面积；  
 $A_s$ ——内标物乙腈的峰面积。

将每个标准样品的  $r$  值对三甲胺的量绘制工作曲线图，确定曲线经过零点。

计算每个标准样品经过空白校正的三甲胺的面积相对于内标的响应因子，按公式（4）计算：

$$R_i = \frac{A_s c_i}{A_i c_s} \dots\dots\dots (4)$$

式中：  
 $A_s$ ——内标物乙腈的峰面积；  
 $c_i$ ——配制的标准溶液中三甲胺的浓度的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；  
 $A_i$ ——三甲胺的峰面积；  
 $c_s$ ——内标物乙腈的浓度的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）。

计算出  $R_i$  的平均值。

4.17.4.2 测定

取 50 μL 内标溶液（4.17.2.5），置于洁净、干燥的 100 mL 容量瓶中，用试样稀释至刻度，摇匀。此溶液含乙腈 4.96 mg/kg。调节仪器，仪器稳定后，用微量注射器进样 2.0 μL 进行分析。

4.17.5 结果计算

试样中三甲胺的质量分数  $w_3$ ，按公式 (5) 计算：

$$w_3 = \frac{A_i R_i c_s \times 10^{-3}}{A_s \times 10^3} \times 100 \% = \frac{A_i R_i c_s 10^{-6}}{A_s} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $A_i$ ——三甲胺的峰面积；
- $R_i$ ——三甲胺相对于内标物的响应因子（平均值）；
- $c_s$ ——内标物乙腈的浓度的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $A_s$ ——内标物乙腈的峰面积。

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这两个测定值的算术平均值的 20 %。

5 检验规则

5.1 本标准表 1 所列项目均为型式检验项目，其中色度、密度、沸程、高锰酸钾试验、水分和酸（或碱）、乙醇、铁为出厂检验项目。在正常生产情况下每月至少进行 1 次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- e) 合同规定。

5.2 羰基合成法制醋酸用甲醇应由质量检验部门进行检验，生产厂保证出厂的产品符合本标准的要求。如有需要检验产品中总硫含量时，其试验方法参见附录 A。

5.3 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批；但若干个组批构成一个检验批的时间通常不超过 1 周。

5.4 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 常温下为流动态液体的规定进行，所采样品总量不得少于 2 L。将样品充分混匀后，分装于两个干燥清洁带有磨口塞的玻璃瓶中，一瓶作为分析检验用，另一瓶供备查验用。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果如有一项不符合本标准要求时，应重新自两倍数量的包装单元采样、检验，罐装产品应重新多点采样、检验，重新检验的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。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 羰基合成法制醋酸用甲醇产品包装容器上应涂有牢固的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 本标准编号；
- e) GB 190 规定的“易燃液体”和“毒性物质”标志。

6.1.2 每一批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；

- d) 产品质量等级；
- e) 产品检验结果或检验结论；
- f) 本标准编号。

6.2 包装

羰基合成法制醋酸用甲醇应用清洁干燥容器包装，包装容器应严加密封。

6.3 运输

羰基合成法制醋酸用甲醇运输应遵守危险化学品运输的相关规定。

6.4 贮存

羰基合成法制醋酸用甲醇应贮存在干燥、通风、阴凉、避免烈日曝晒并隔绝热源和火种的地方。

7 安全

7.1 危险警告

甲醇是无色易燃液体，闪点为 8℃，自燃温度为 436℃，甲醇蒸气在空气中爆炸范围的体积分数为 6%~36.5%。甲醇蒸气对神经系统有刺激作用，吸入人体内可引起失明和中毒。误服后产生头痛、头晕、乏力、眩晕、酒醉感、恶心、呕吐、视线模糊，严重者引起失明，乃至死亡。

7.2 安全措施

甲醇溢出时应立刻用水冲洗。甲醇着火时用砂子、泡沫灭火器、石棉布等进行扑救。应避免甲醇与皮肤接触。如果溅到皮肤上和眼睛里，用大量清水冲洗，迅速就医。发生误服后，用 1%~2%碳酸氢钠溶液洗胃处理。同时为阻止甲醇的代谢，在 3 日~4 日内，每隔 2 h，以平均每千克体重 0.5 mL 的数量饮服 50% 食品级乙醇溶液。

附 录 A  
(资料性附录)  
甲醇中总硫含量测定  
紫外荧光法

A.1 原理

将试样直接注入裂解管或进样舟中，由进样器将试样送至高温燃烧管，在富氧条件下硫被氧化成二氧化硫（SO<sub>2</sub>）。试样燃烧生成的气体在除去水后被紫外光照射，二氧化硫吸收紫外光的能量转变为激发态的二氧化硫（SO<sub>2</sub><sup>\*</sup>），当激发态的二氧化硫返回到稳定态的二氧化硫时发射荧光，由光电倍增管检测，由所得信号值计算出试样的硫含量。

警告：接触过量的紫外光有害健康，试验者必须避免直接照射的紫外光以及次级或散射的辐射光对身体各部位尤其是眼睛的危害。

A.2 试剂

A.2.1 甲醇：色谱纯。

A.2.2 硫标准溶液：1 mg/mL，市售。

A.2.3 硫标准溶液：100 μg/mL。

量取硫标准溶液（A.2.2）10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用甲醇（A.2.1）稀释至刻度，摇匀。

A.2.4 惰性气体：氩气或氦气，体积分数不低于 99.998 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

A.2.5 氧气：体积分数不低于 99.998 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

A.3 仪器

A.3.1 紫外荧光测硫仪。

A.3.2 微量注射器：20 μL，注射器针头长为 50 mm±5 mm。

A.3.3 记录仪：测硫仪工作站。

A.3.4 推荐的紫外荧光测硫仪型号及典型操作条件见表 A.1。典型的紫外荧光测硫谱图见图 A.1。

表 A.1 推荐的紫外荧光测硫仪型号及典型操作条件

项 目	参 数
推荐的紫外荧光测硫仪型号	Analytik Jena Multi EA 5000 型元素分析仪
进样器进样方式	垂直进样
炉温/℃	1 050
入口氧气流量/(mL/min)	200
裂解氧气流量/(mL/min)	200
入口载气流量/(mL/min)	200
进样量/μL	20
检测器	UVFD



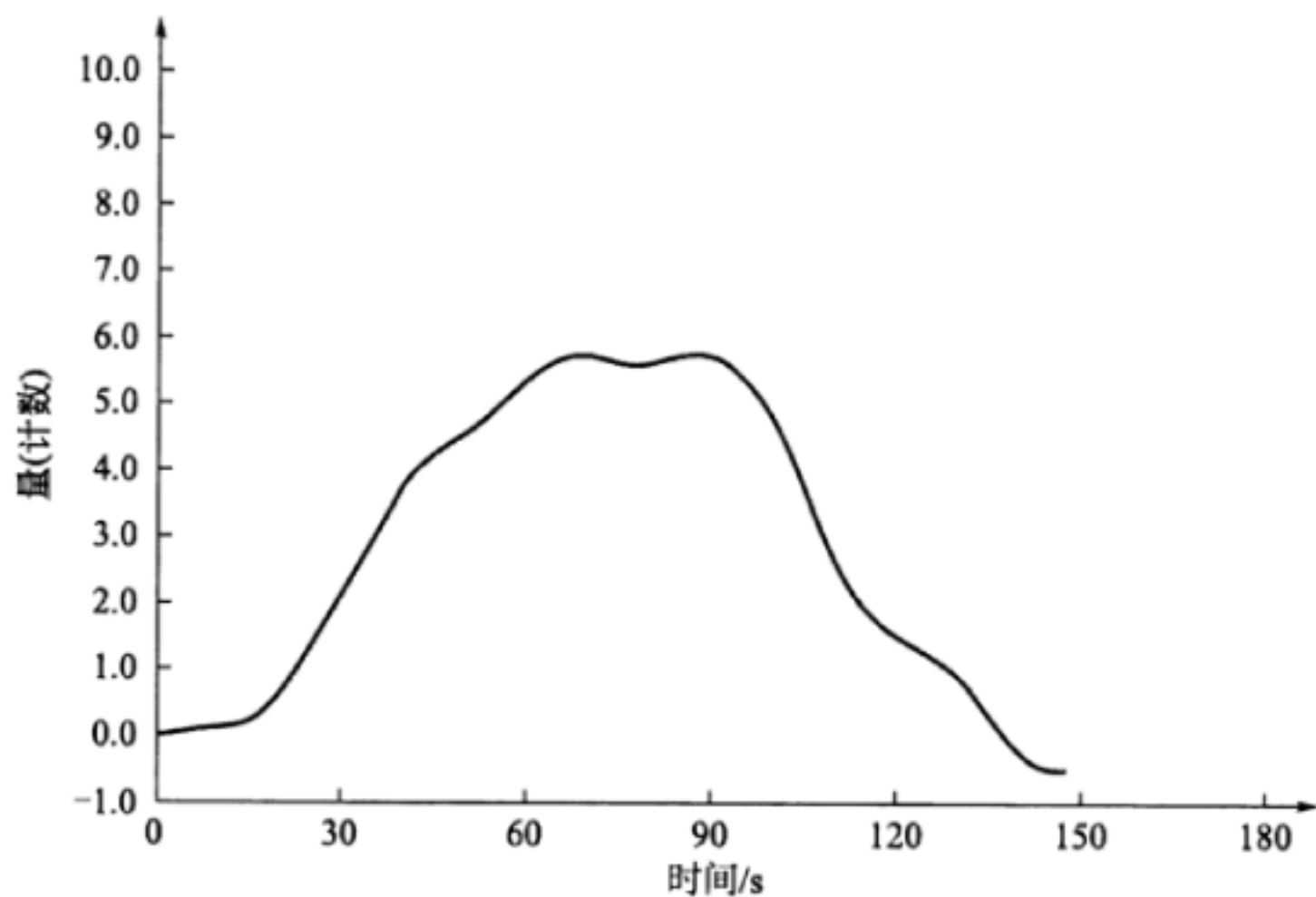


图 A. 1 典型的紫外荧光测硫谱图

A. 4 分析步骤

A. 4. 1 标准曲线绘制

A. 4. 1. 1 量取硫标准溶液 (A. 2. 3) 0. 00 mL、0. 50 mL、1. 00 mL、2. 00 mL、4. 00 mL，分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中，用甲醇 (A. 2. 1) 稀释至刻度，摇匀。

A. 4. 1. 2 仪器启动后进行必要的调节，以达到表 A. 1 所列的条件或满足同等测硫精度的其他适宜条件。仪器稳定后即可进行测定。

A. 4. 1. 3 用标准溶液冲洗注射器几次。如果液柱中存有气泡，要冲洗注射器，并重新抽取标准溶液。用 20 μL 注射器分别将上述标准溶液注入测硫仪中。二次燃烧前，将注射器拔出。每个标准溶液分别重复测定 3 次。以 3 次空白溶液的积分响应值的平均值作平均空白的积分响应值，从每一个标准溶液的积分响应值减去平均空白的积分响应值得到相应的积分响应值差，确定平均积分响应值。

A. 4. 1. 4 以硫标准溶液的浓度为横坐标、平均积分响应值为纵坐标，绘制工作曲线。

A. 4. 2 测定

A. 4. 2. 1 用样品溶液冲洗注射器几次，以下按 A. 4. 1. 3 中所述的“如果液柱中存有气泡，……将注射器拔出”步骤进行。

A. 4. 2. 2 从样品溶液的积分响应值减去平均空白的积分响应值得到相应的积分响应值差，根据积分响应值差从工作曲线 (A. 4. 1. 4) 上查出相应的硫浓度 *c*。

A. 5 结果计算

试样中总硫的质量分数 *w*，按公式 (A. 1) 计算：

$$w = \frac{c \times 20 \times 10^{-6}}{\rho_t \times 20} \times 100 \% = \frac{c \times 10^{-6}}{\rho_t} \times 100 \% \quad \text{..... (A. 1)}$$

式中：

*c*——从工作曲线上查得的硫浓度的数值，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

20——进样体积的数值，单位为微升 (μL)；

*ρ<sub>t</sub>*——测定温度 *t* 时的甲醇试样的密度的数值，单位为克每立方厘米 (g/cm<sup>3</sup>)。

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这两个测定值的算术平均值的 10 %。



中 华 人 民 共 和 国  
化 工 行 业 标 准  
羰基合成法制醋酸用甲醇  
HG/T 4773—2014

出版发行：化学工业出版社  
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)  
北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部  
880mm×1230mm 1/16 印张1¼ 字数26.4千字  
2015年4月北京第1版第1次印刷  
书号：155025·2012

---

购书咨询：010-64518888  
售后服务：010-64518899  
网址：<http://www.cip.com.cn>  
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：16.00元 版权所有 违者必究