

ICS 71.080.70
G 17
备案号: 48263—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4778—2014

工业用乙酸正丙酯

Propyl acetate for industrial use

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。

本标准参考美国试验与材料协会标准 ASTM D3130—2011《乙酸正丙酯（96 %级）标准规格》制定。本标准与 ASTM D3130—2011 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准章条编号与 ASTM D3130—2011 章条编号的对照一览表。

本标准与 ASTM D3130—2011 的技术性差异及其原因如下：

- 增加了正丙醇、苯、甲苯和二甲苯项目，这是为了适应市场需求，根据下游行业对产品的要求确定的（见表 1）；
- 由纯度 $\geq 96.0\%$ 修改为乙酸正丙酯 $\geq 99.5\%$ ，水分由 $\leq 0.1\%$ 修改为 $\leq 0.10\%$ ，色度由 ≤ 15 Hazen 单位修改为 ≤ 10 Hazen 单位（见表 1），是工艺技术的提升，以适应市场需求（见表 1）；
- 由不挥发物 $\leq 5\text{ mg}/100\text{ mL}$ 修改为蒸发残渣 $\leq 0.005\%$ ，按照我国通用试验方法中的术语进行项目设置，指标值根据换算得出（见表 1）；
- 由相对密度（20℃/20℃）0.885～0.890 或（25℃/25℃）0.880～0.885 修改为密度（20℃）0.883 g/cm³～0.888 g/cm³，根据相对密度折算，密度为法定计量单位（见表 1）；
- 取消了馏程项目和试验方法，这是由于采用气相色谱法代替馏程测定，更能反映产品中杂质含量多少或纯度的高低；
- 修改了乙酸正丙酯纯度测定的方法，由填充色谱柱及操作条件修改为毛细管色谱柱及操作条件，适应当前分析技术水平（见 4.3）。

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技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：浙江建业化工股份有限公司、中国科学院大连化学物理研究所、江苏瑞佳化学有限公司。

本标准参加起草单位：江门谦信化工发展有限公司、南京荣欣化工有限公司、响水凯欣化工有限公司、南京乌江化工有限公司。

本标准主要起草人：周红英、郑丰平、胡孙清、王晓琳、李艳丽、魏平、陈祥、李向红、刘万伟、陆峰平、王涛。

工业用乙酸正丙酯

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

本标准规定了工业用乙酸正丙酯的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于乙酸与正丙醇在催化剂存在下酯化制得的工业用乙酸正丙酯。

分子式： $C_5H_{10}O_2$



分子量：102.13（按 2011 年国际相对原子量）

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- 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 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样总则
- 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
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 12717 工业用乙酸酯类试验方法

3 要求

- 3.1 外观：无色透明液体。
- 3.2 工业用乙酸正丙酯指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
乙酸正丙酯, $w/\%$	≥ 99.5
正丙醇, $w/\%$	≤ 0.10
水分, $w/\%$	≤ 0.10
酸度(以乙酸计), $w/\%$	≤ 0.01
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.005
密度(20℃)/(g/cm ³)	0.883~0.888
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	10
苯, $w/\%$	供需双方商定
甲苯, $w/\%$	
二甲苯, $w/\%$	

4 试验方法

警告：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。

4.1 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 规定的三级水。

分析中使用的标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观的测定

取适量实验室样品，加入具塞比色管中，在足够的光线下目视观察。

4.3 乙酸正丙酯、正丙醇、苯、甲苯及二甲苯含量的测定

4.3.1 方法一（仲裁法）

4.3.1.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下样品在汽化室汽化后通过毛细管色谱柱，使样品中的组分得到分离，用氢火焰离子化检测器进行检测，杂质用内标法定量，乙酸正丙酯用差减法定量

4.3.1.2 试剂

4.3.1.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99 % 的纯氢气，经脱水、脱氧、除有机物等净化处理。

4.3.1.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99 % 的纯氮气，经脱水、脱氧、除有机物等净化处理。

4.3.1.2.3 空气：不含腐蚀性杂质。使用前进行脱油、脱水处理。

4.3.1.2.4 叔丁醇、2-戊酮、甲酸异戊酯、正丙醇、乙酸正丙酯、苯、甲苯、二甲苯。

4.3.1.2.5 甲醇：色谱纯。

4.3.1.3 仪器

4.3.1.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.3.1.3.2 色谱工作站。

4.3.1.3.3 微量进样器：10 μ L。

4.3.1.4 色谱柱及分析操作条件

根据不同仪器及本试验要求选择最佳操作条件，本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分的相对保留值（相对于乙酸正丙酯）见附录 B 中图 B.1 和表 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 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	6 % 氰丙基苯基-94 % 二甲基硅氧烷
柱长/柱内径/液膜厚度	60 m×0.32 mm×1.0 μm
柱温	50 ℃ (6 min) $\xrightarrow{1\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 70 ℃ $\xrightarrow{30\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 120 ℃ $\xrightarrow{8\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 160 ℃ (2 min)
汽化室温度/℃	250
检测器温度/℃	250
载气流量(H ₂)/(mL/min)	1.7
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	30
尾吹气流量(N ₂)/(mL/min)	25
分流比	20 : 1
进样量/μL	1

4.3.1.5 样品处理

称量并记录样品瓶质量 m_1 。取 500 μL 样品，装入 1.5 mL 具塞小口玻璃瓶中，称量并记录此时质量 m_2 ，计算样品质量 m 。然后加入 10 μL 内标液（见附录 C.3）和 490 μL 甲醇。

4.3.1.6 分析步骤

根据仪器说明书，调节仪器至表 2 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用色谱工作站处理计算结果。

4.3.1.7 定量分析

采用内标法定量，与标准样品测试时的分析条件相同，用注射器量取经过样品处理（见 4.3.1.5）后的溶液 1 μL 注入色谱仪中，测得各组分与内标物的峰面积（ A_i ， A_s ），根据标准曲线（见附录 C.5）查出待测样品中各组分的质量（ m_i ）。按照公式（1）计算各组分在待测样品中的质量分数 w_i ，平行测定次数不少于 2 次。

4.3.1.8 结果计算

某被测组分的质量分数 w_i ，按公式（1）计算：

$$w_i = \frac{m_i}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_i ——被测组分的质量分数；
- m_i ——各组分 i 在试样中的质量的数值，单位为克（g）；
- m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。测定结果在 0.1 % 以下的，两次测定结果之差不大于两次测定的算术平均值的 20 %；测定结果在 0.1 % 以上的，两次测定结果之差不大于两次测定算术平均值的 10 %。

乙酸正丙酯的质量分数 w_1 ，按公式（2）计算：

$$w_1 = 100 \% - w_i - w_2 - w_3 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_i ——公式（1）得到的组分的质量分数；

w_2 ——4.4 中测得的水的质量分数；
 w_3 ——4.5 中测得的酸度质量分数。

4.3.2 方法二（适用于乙酸正丙酯、正丙醇和丙酸丙酯的测定）

4.3.2.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下样品在汽化室汽化后通过毛细管色谱柱，使样品中的组分得到分离，用氢火焰离子化检测器进行检测，用校正面积归一化法定量。

4.3.2.2 试剂

- 4.3.2.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99 % 的纯氢气，经脱水、脱氧、除有机物等净化处理。
- 4.3.2.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99 % 的纯氮气，经脱水、脱氧、除有机物等净化处理。
- 4.3.2.2.3 空气：不含腐蚀性杂质。使用前进行脱油、脱水处理。
- 4.3.2.2.4 正丙醇、丙酸丙酯。

4.3.2.3 仪器

- 4.3.2.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。仪器的线性范围应满足分析的要求。
- 4.3.2.3.2 色谱工作站。
- 4.3.2.3.3 微量进样器：10 μL 。
- 4.3.2.4 色谱柱及分析操作条件

根据不同仪器及本试验要求选择最佳操作条件，本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 3。典型色谱图及各组分的相对保留值（相对于乙酸正丙酯）见附录 B 中图 B.2 和表 B.2。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 3 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	100 % 聚二甲基硅氧烷
柱长/柱内径/液膜厚度	50 m×0.32 mm×1.05 μm
柱温	50 $^{\circ}\text{C}$ $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 80 $^{\circ}\text{C}$ (5 min) $\xrightarrow{12\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 120 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	240
载气流量(N_2)/(mL/min)	2
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	30 : 1
进样量/ μL	0.2

4.3.2.5 分析步骤

根据仪器说明书，调节仪器至表 3 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用色谱工作站处理计算结果。

4.3.2.6 定量分析

采用校正面积归一化法定量。相对校正因子的测定方法见附录 D。

4.3.2.7 结果计算

被测组分的质量分数 w_i ，按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum f_i A_i} \times (100\% - w_2 - w_3)$$

..... (3)

式中：

f_i ——被测组分 i 的校正因子；

A_i ——被测组分 i 的峰面积；

$\sum f_i A_i$ ——各组分的校正峰面积之和；

w_2 ——4.4 中测得的水的质量分数；

w_3 ——4.5 中测得的酸度的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。测定结果在 0.1 % 以下的，两次测定结果之差不大于两次测定的算术平均值的 20 %；测定结果在 0.1 % 以上的，两次测定结果之差不大于两次测定算术平均值的 10 %。

4.4 水分的测定

4.4.1 卡尔·费休库仑法（仲裁法）

按 GB/T 12717 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.01 %。

4.4.2 卡尔·费休直接电量滴定法

按 GB/T 6283 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.01 %。

4.5 酸度的测定

按 GB/T 12717 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.001 %。

4.6 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.000 5 %。

4.7 密度的测定

按 GB/T 4472 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.000 5 g/cm³。

4.8 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

5 检验规则

5.1 第 3 章中的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 工业用乙酸正丙酯以同等质量的均匀产品为一批。桶装产品以不大于 100 t 为一批，或以一贮槽、一槽罐的产品质量为一批。

5.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 的规定进行，采样总量应保证检验的要求。将所采实验室样品混匀后分别装入两个清洁、干燥的带内塞试剂瓶中，并粘贴标签，注明产品名称、产品批号、生产日期、采样时间、采样人姓名，一瓶供检验用，另一瓶密封保存、备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合标准要求时，罐装产品应重新加倍采样进行检验。桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中取样进行检验。重新检验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则该批产品判为不合格品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用乙酸正丙酯容器上应有牢固、清晰的标志，内容包括：

a) 生产厂名称；

- b) 产品名称；
- c) 厂址；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号；
- g) GB 190 规定的“易燃液体”标志。

6.1.2 生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

6.2 包装

工业用乙酸正丙酯应用清洁、干燥的镀锌桶、铁桶或不锈钢槽车包装，每桶净重 180 kg。或按客户的具体要求进行包装。

6.3 运输

工业用乙酸正丙酯运输时应有遮盖物，防止曝晒、雨淋，避免电火花产生，搬运时不准与皮肤接触。

6.4 贮存

乙酸正丙酯应贮存在清洁、阴凉、干燥、通风的仓库内，防止日晒、雨淋。

7 安全

7.1 危险警告

易燃，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物。遇明火、高热能引起燃烧爆炸。与氧化剂能发生强烈反应。其蒸气比空气重，能在较低处扩散到相当远的地方，遇明火会引着回燃。

燃烧（分解）产物：一氧化碳、二氧化碳。

对眼和上呼吸道黏膜有刺激作用。吸入高浓度时，感恶心、眼部灼热、胸闷、疲乏无力，并可引起麻醉。

7.2 安全措施

- a) 乙酸正丙酯贮槽周围应设置围堤，防止泄漏。一旦泄漏，迅速撤离泄漏污染区人员至安全区，并进行隔离，严格限制出入。切断火源。尽可能切断泄漏源，防止进入下水道、排洪沟等限制性空间。小量泄漏：用活性炭或其他惰性材料吸收。也可以用大量水冲洗，洗水稀释后放入废水系统。大量泄漏：构筑围堤或挖坑收容；用泡沫覆盖，降低蒸气灾害。用防爆泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。
- b) 乙酸正丙酯废弃物处置方法：焚烧法。
- c) 乙酸正丙酯着火时，应用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、砂土扑救。用水灭火无效，但可用水保持火场中容器冷却。
- d) 应避免乙酸正丙酯与皮肤接触。如果接触，应脱去被污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。就医。
- e) 如果溅到眼睛里，应提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。就医。
- f) 如果吸入，应迅速脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道通畅。如呼吸困难，给输氧。如呼吸停止，立即进行人工呼吸。就医。
- g) 如果食入，应饮足量温水，催吐。就医。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ASTM D3130—2011 章条编号对照

表 A. 1 为本标准章条编号与 ASTM D3130—2011 章条编号对照一览表。

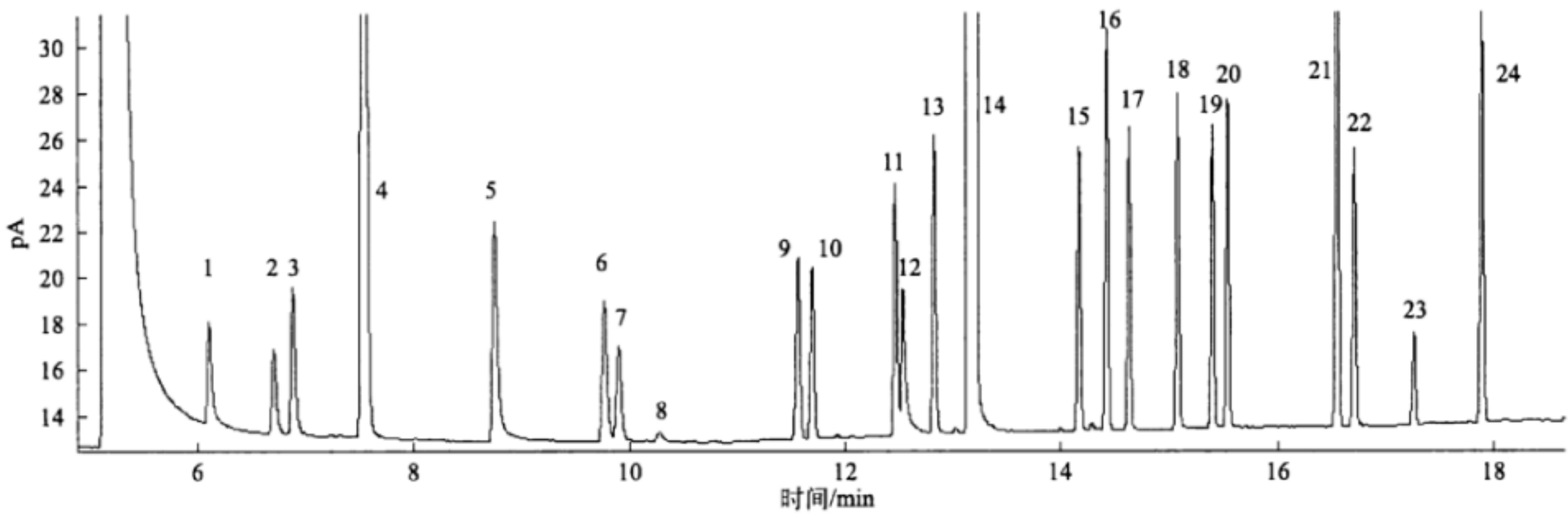
表 A. 1 本标准章条编号与 ASTM D3130—2011 章条编号对照

本标准章条编号	对应 ASTM D3130 章条编号
1	1
2	2
3	3
4	5
4.3.1.5	4
5	—
6	6
	7
7	

附 录 B
(规范性附录)
典型色谱图及各组分相对保留值

B.1 方法一典型色谱图及各组分相对保留值

B.1.1 方法一典型色谱图见图 B.1。



说明：

1 乙醇；	9 苯；	17 乙酸异丁酯；
2 丙酮；	10 乙酸异丙酯；	18 甲酸异戊酯（内标）；
3 异丙醇；	11 正丁醇；	19 丙酸丙酯；
4 叔丁醇（内标）；	12 丙二醇甲醚；	20 乙酸正丁酯；
5 正丙醇；	13 2-戊酮（内标）；	21 乙苯；
6 丁酮；	14 乙酸正丙酯；	22 对（间）二甲苯；
7 乙酸乙酯；	15 4-甲基-2-戊酮；	23 邻二甲苯；
8 甲酸丙酯；	16 甲苯；	24 环己酮。

图 B.1 乙酸正丙酯典型色谱图（方法一）

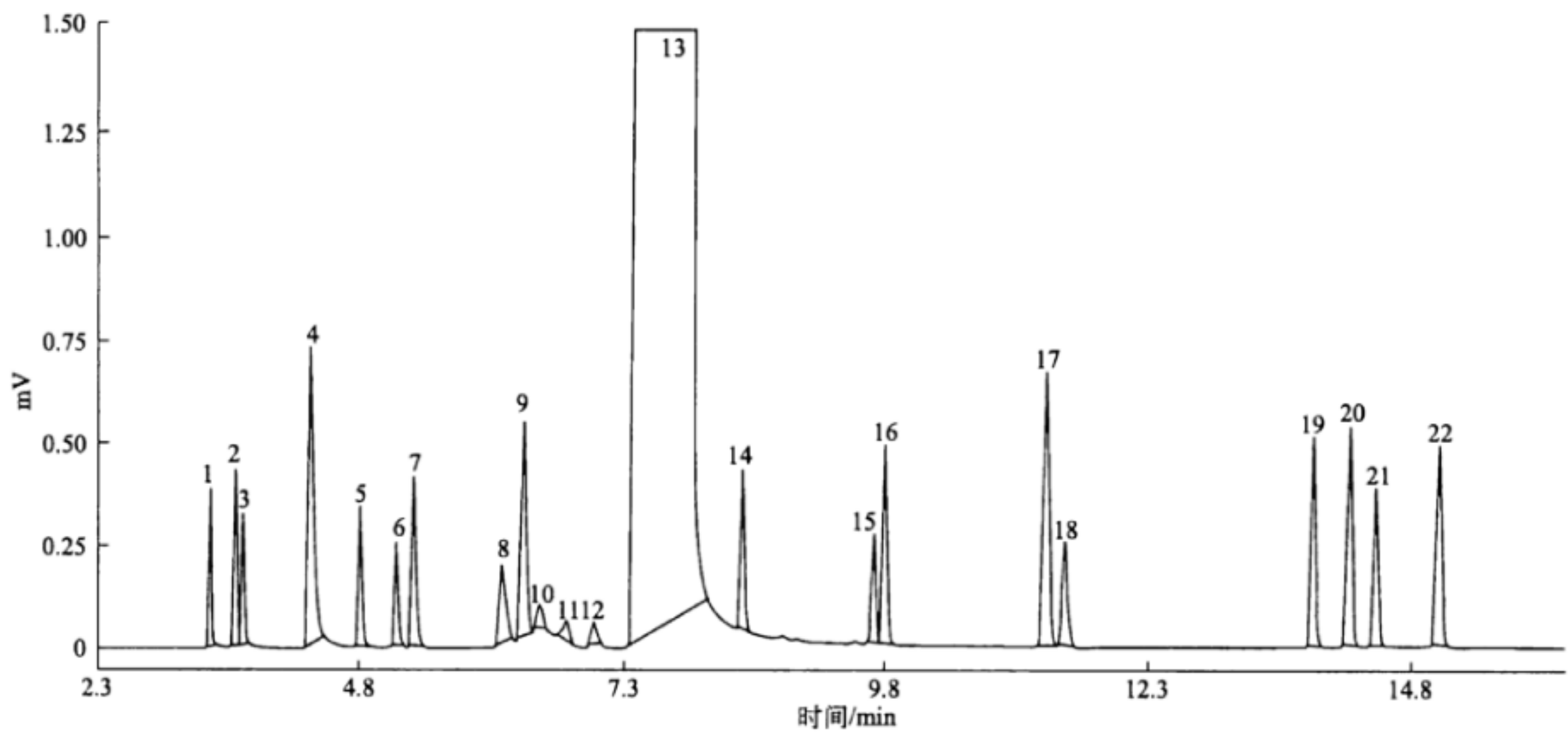
B.1.2 方法一各组分相对保留值见表 B.1。

表 B.1 各组分的相对保留值（方法一）

序号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	乙醇	6.11	0.22
2	丙酮	6.71	0.29
3	异丙醇	6.89	0.31
4	叔丁醇	7.56	0.38
5	正丙醇	8.78	0.51
6	丁酮	9.79	0.62
7	乙酸乙酯	9.93	0.64
8	甲酸丙酯	10.30	0.68
9	苯	11.58	0.82
10	乙酸异丙酯	11.71	0.83
11	正丁醇	12.47	0.92
12	丙二醇甲醚	12.55	0.92
13	2-戊酮	12.84	0.96
14	乙酸正丙酯	13.25	1.00
15	4-甲基-2-戊酮	14.18	1.10
16	甲苯	14.44	1.13
17	乙酸异丁酯	14.66	1.15
18	甲酸异戊酯	15.09	1.20
19	丙酸丙酯	15.41	1.24
20	乙酸正丁酯	15.55	1.25
21	乙苯	16.56	1.36
22	对(间)二甲苯	16.72	1.38
23	邻二甲苯	17.27	1.44
24	环己酮	17.91	1.51

B.2 方法二典型色谱图及各组分相对保留值

B.2.1 方法二典型色谱图见图 B.2。



- 说明：
- | | | |
|----------|---------------|-------------|
| 1 乙醇； | 9 苯； | 17 丙酸丙酯； |
| 2 丙酮； | 10 正丁醇； | 18 乙酸正丁酯； |
| 3 异丙醇； | 11 丙二醇单甲醚； | 19 乙苯； |
| 4 正丙醇； | 12 二丙醚； | 20 对（间）二甲苯； |
| 5 丁酮； | 13 乙酸正丙酯； | 21 环己酮； |
| 6 乙酸乙酯； | 14 4-甲基-2-戊酮； | 22 邻二甲苯。 |
| 7 甲酸丙酯； | 15 乙酸异丁酯； | |
| 8 乙酸异丙酯； | 16 甲苯； | |

图 B.2 乙酸正丙酯典型色谱图（方法二）

B.2.2 方法二各组分相对保留值见表 B.2。

表 B.2 各组分的相对保留值（方法二）

序号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	乙醇	3.403	0.432
2	丙酮	3.641	0.463
3	异丙醇	3.712	0.472
4	正丙醇	4.341	0.552
5	丁酮	4.803	0.611
6	乙酸乙酯	5.141	0.654
7	甲酸丙酯	5.295	0.673
8	乙酸异丙酯	6.107	0.776
9	苯	6.308	0.802
10	正丁醇	6.453	0.820
11	丙二醇单甲醚	6.712	0.853
12	二丙醚	6.957	0.884
13	乙酸正丙酯	7.866	1.00
14	4-甲基-2-戊酮	8.362	1.063
15	乙酸异丁酯	9.603	1.221
16	甲苯	9.691	1.232
17	丙酸丙酯	11.195	1.423
18	乙酸正丁酯	11.370	1.445
19	乙苯	13.666	1.737
20	对（间）二甲苯	14.008	1.781
21	环己酮	14.249	1.812
22	邻二甲苯	14.841	1.886

附 录 C

(规范性附录)

标准曲线的绘制

C.1 试剂

C.1.1 标样：环己酮、二甲苯、乙苯、乙酸正丁酯、丙酸丙酯、丙二醇甲醚、4-甲基-2-戊酮、甲苯、正丁醇、正丙醇、乙酸异丙酯、异丙醇、甲酸正丙酯、苯、丁酮、乙醇、乙酸乙酯、丙酮。

注 1：如果只测定其中一种或者几种杂质的含量，只需配制含有所测杂质的标准溶液，内标液也只需配入对应的内标物。测定乙醇、异丙醇、正丙醇、正丁醇时需配制叔丁醇内标液；测定乙酸乙酯、甲酸正丙酯、乙酸异丙酯、丙酸正丙酯、乙酸正丁酯时需配制甲酸异戊酯内标液；测定丙酮、丁酮、苯、丙二醇甲醚、4-甲基-2-戊酮、甲苯、乙苯、二甲苯、环己酮时需配制 2-戊酮内标液。

C.1.2 甲醇：色谱纯。

C.2 仪器

C.2.1 分析天平：分度值为 0.1 mg。

C.2.2 具塞小口玻璃瓶：1.5 mL。

C.2.3 容量瓶：10 mL。

C.2.4 移液枪带枪头（或注射器）：10 μL ，20 μL ，1 mL，5 mL。

C.3 内标液的配制

选叔丁醇（醇类内标物）、甲酸异戊酯（酯类内标物）、2-戊酮（其他成分内标物）作为内标物。取各内标物 20 μL （称量并记录各内标物质量），置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配制成内标液。

C.4 标准溶液的配制

C.4.1 移取标样各 20 μL ，称量并记录各标样的质量（整个称量过程要迅速，遵循弱挥发性的先加入、易挥发的后加入的原则，建议参照 C.1.1 的顺序依次加入），置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容，为 a 标准溶液，浓度约为 0.2 %。

C.4.2 取 a 标准溶液 1 mL，用甲醇定容至 10 mL，为 b 标准溶液，浓度约为 0.02 %。

C.4.3 取 b 标准溶液 5 mL，用甲醇定容至 10 mL，为 c 标准溶液，浓度约为 0.01 %。

C.4.4 取 c 标准溶液 5 mL，用甲醇定容至 10 mL，为 d 标准溶液，浓度约为 0.005 %。

C.4.5 取 b 标准溶液 1 mL，用甲醇定容至 10 mL，为 e 标准溶液，浓度约为 0.002 %。

C.4.6 取 c 标准溶液 1 mL，用甲醇定容至 10 mL，为 f 标准溶液，浓度约为 0.001 %。

C.4.7 取 d 标准溶液 1 mL，用甲醇定容至 10 mL，为 g 标准溶液，浓度约为 0.000 5 %。

移取 a~g 标准溶液各 500 μL ，分别置于 7 个具塞小口玻璃瓶中，分别加入 10 μL 内标液（见 C.3）和 490 μL 甲醇。根据表 2 中的操作条件进行测定。

注 2：可根据样品中杂质浓度的范围，配制相应浓度的标准曲线。

C.5 标准曲线的绘制

按照 C.4 配制标准溶液，绘制 $\frac{m_i}{m_s}$ 随 $\frac{A_i}{A_s}$ 变化的曲线，从标准曲线上查出被测杂质的质量 m_i 。

标准曲线的线性相关系数 R^2 应不小于 0.999，所测组分含量应在该标准曲线线性范围内。标准曲线在使用过程中应该定期校正，配制 0.000 5 % 的标准溶液，测定并计算相对偏差。若相对偏差小于 20 %，曲线可继续使用；否则，应重新绘制标准曲线。

附 录 D
(规范性附录)
相对校正因子的测定 (方法二)

D.1 相对校正因子的测定 (方法二)

准确称量 100 g 乙酸正丙酯, 精确至 0.000 2 g。置于 150 mL 具塞三角烧瓶中, 再加入 0.08 g 正丙醇和 0.03 g 丙酸丙酯, 均精确至 0.000 2 g。充分摇匀。在表 3 推荐的色谱柱及色谱操作条件下, 用面积归一化法先将所用成品乙酸正丙酯重复测定 3 次, 取得正丙醇和丙酸丙酯的平均本底面积, 然后在相同色谱条件下将上述所配标准样品重复测定 3 次, 分别测得乙酸正丙酯、正丙醇、丙酸丙酯的峰面积, 按公式 (D.1) 计算出正丙醇和丙酸丙酯的相对校正因子 f_i :

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

..... (D.1)

式中:

- A_s ——标准样品中乙酸正丙酯的峰面积;
- A_i ——标准样品中所测组分的面积;
- A_{i0} ——所测组分平均本底面积;
- m_i ——标准样品中所测组分的质量;
- m_s ——标准样品中乙酸正丙酯的质量。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 用 乙 酸 正 丙 酯
HG/T 4778—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28.3千字
2015年4月北京第1版第1次印刷
书号：155025·2005

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