

中关村绿色矿山产业联盟团体标准

T/GRM 021 - 2021

3-巯基丙酸甲酯

Methyl 3-mercaptopropionate

2021 年 05 月 18 日 发布

2021 年 06 月 01 日 实施

中关村绿色矿山产业联盟 发 布

目 录

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 技术要求..... 1

 3.1 化学分子式、化学结构式、相对分子质量..... 1

 3.2 化学成分及物理要求..... 1

 3.3 外观质量..... 2

4 试验方法..... 2

5 检验规则..... 2

 5.1 组批规则..... 2

 5.2 取样方法..... 2

 5.3 检验项目..... 2

 5.4 检查和验收..... 2

 5.5 判定规则..... 2

6 标志、包装、运输和贮存..... 2

 6.1 标志..... 2

 6.2 包装..... 2

 6.3 运输..... 3

 6.4 贮存..... 3

附录 A （规范性附录）3-巯基丙酸甲酯含量和残酸的分析方法..... 4

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。

本文件起草单位：潍坊加华化工有限公司、潍坊世华化工有限公司、潍坊益华化工有限公司、中国矿业大学（北京）、中关村绿色矿山产业联盟、北矿化学科技（沧州）有限公司、青岛加华化工有限公司、青岛捷麟贸易有限公司。

本文件主要起草人：张冶、胡云帆、邓久帅、彭苏萍、张伟红、那媛媛、王小磊、禹化峰、王亮、尚衍波。

3-巯基丙酸甲酯

1 范围

本文件规定了 3-巯基丙酸甲酯的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等要求。

本文件适用于以甲醇、3-巯基丙酸为原料制备的 3-巯基丙酸甲酯。本产品主要用于有机合成中间体。

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。

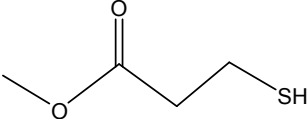
- GB/T 601 化学试剂标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1668 增塑剂酸值及酸度的测定
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 13508 聚乙烯吹塑容器

3 技术要求

3.1 化学分子式、化学结构式、相对分子质量

3-巯基丙酸甲酯的化学分子式、化学结构式、相对分子质量应符合表 1 的规定。

表 1 3-巯基丙酸甲酯的化学分子式、化学结构式和相对分子质量

化学分子式	化学结构式	相对分子质量
$C_4H_8O_2S$		120.17 (按 2016 年国际标准原子量)

3.2 化学成分及物理要求

3-巯基丙酸甲酯的化学成分及物理要求应符合表 2 的规定。

表 2 3-巯基丙酸甲酯化学成分（质量分数）及物理要求

产品名称	3-巯基丙酸甲酯含量 %	残酸 %	密度（ $\rho_{20^\circ\text{C}}$ ） g/cm^3
3-巯基丙酸甲酯	≥ 99.0	≤ 0.50	1.090~1.120

3.3 外观质量

3-巯基丙酸甲酯外观为无色透明液体，不应混有机械杂质。

4 试验方法

4.1 3-巯基丙酸甲酯的化学成分检验方法参照附录 A 执行。

4.2 3-巯基丙酸甲酯外观质量的测定采用目视检测法。

4.3 3-巯基丙酸甲酯密度的测定按 GB/T 4472 的规定执行。

5 检验规则

5.1 组批规则

3-巯基丙酸甲酯应成批提交验收，每批应以同等质量的产品组成。

5.2 取样方法

按 GB/T 6680 的规定进行取样，产品采样单元数按 GB/T 6678 的规定进行。采样的总量应保证检验和留存需要。

将所取样品分成两份，每个试样不少于完整规格测试所需数量的两倍，分别装入清洁干燥的带盖玻璃瓶中，贴上标签，注明试样名称、取样日期、批号。一瓶供检验，另一瓶保存，以备查用。

5.3 检验项目

本文件 3.2 和 3.3 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.4 检查和验收

5.4.1 产品出厂由供方的质量检验部门进行检验，保证所有出厂的产品符合本标准的要求，并附有本产品质量证明书后方可出厂。产品质量证明书内容包括：生产厂家、厂址、产品名称、净重、批号、出厂日期、各项检验分析的结果及质量检验部门的印记等。

5.4.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验。如检验结果与本标准或合同（或订货单）的规定不符时，应在收到产品之日起 15d 内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应由供需双方共同进行。

5.5 判定规则

5.5.1 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应自两倍量的包装中重新采样复验。复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则判整批产品不合格。

5.5.2 本文件中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

5.5.3 需方收到的产品如系运输或保管等方面引起的变质损坏，应由责任方负责。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 包装容器上应有牢固标志，注明生产企业名称、生产地址、产品名称、净含量、生产日期、批号等。

6.1.2 如需方对标志有特殊要求，可经供需双方协商采取相应的标志，并在合同（或订货单）中注明。

6.2 包装

6.2.1 产品应用清洁干燥的 200L 闭口塑料桶包装，每桶产品净重 $200\text{kg} \pm 0.5\text{kg}$ 。桶口加密封圈，防尘盖。塑料桶应符合 GB/T 13508 的规定。

6.2.2 如需方对包装容器有特殊要求，可经供需双方协商采取相应的包装规格，并在合同（或订货单）中注明。

6.3 运输

运输装卸过程中必须按照货物运输规定进行，轻搬、轻放以免损坏引起事故。

6.4 贮存

产品应放于阴凉、防晒、通风库房中。远离火种、热源。保持容器密封。不能卧放，不能倒置。应与强氧化剂、强碱等隔离贮存。

附 录 A
(规范性附录)
3-巯基丙酸甲酯含量和残酸的分析方法

A.1 3-巯基丙酸甲酯含量的测定

A.1.1 方法提要

在一定的色谱条件下，用气相色谱仪测定，试样的主要成份与杂质都有相应分离的色谱峰，以面积归一法定量。

A.1.2 材料和仪器

A.1.2.1 气相色谱仪：TCD 检测器。

A.1.2.2 色谱柱：毛细管柱 DB-1 (30m×450μm×2.55μm)。

A.1.2.3 进样器：10μL 微量进样器。

A.1.2.4 高纯氢气（纯度≥99.999%）。

A.1.3 分析步骤

A.1.3.1 色谱条件

本文件推荐的色谱操作条件见表 A.1。

表 A.1 3-巯基丙酸甲酯含量测定的色谱操作条件

分流比	40: 1
进样口温度	200℃
柱箱温度	10℃/min 20℃/min 70℃ (1min)----->80℃----->170 (15min)
检测器温度	200℃
载气流量	3mL/min
进样量	0.8μL

A.1.3.2 操作步骤

启动仪器，按表 A.1 设置相应的色谱操作条件。待仪器满足表 A.1 的条件且基线稳定，用微量进样器进样后，仪器开始采样。待组分全部流出后，采样结束。

A.1.4 结果计算

用色谱工作站计算峰面积，使用面积归一法计算 3-巯基丙酸甲酯含量。数字修约按 GB/T8170 执行。

A.1.5 允许差

两次平行测定结果的允许差不大于 0.2%。

A.2 残酸的测定

A.2.1 方法提要

残酸的测定以溴甲酚紫为指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定试样。

A.2.2 试剂

本文件所用试剂和水在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、试剂在没有注明其它要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

A.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c (NaOH) = 0.1 mol/L。

A.2.2.2 溴甲酚紫指示液：1 g/L。

A.2.3 分析步骤

称取试样约 10g（精确至 0.01g）至 250mL 锥形瓶中，加入 7~8 滴溴甲酚紫指示液 (A.2.2.2)，用氢氧化钠标准滴定溶液 (A.2.2.1) 滴定至微紫红色为终点。

A.2.4 计算

以 3-巯基丙酸质量分数 $\omega(\%)$ 表示，按以下公式计算：

$$\omega(\%) = \frac{cv \times 0.1061}{m} \times 100$$

式中：

c —— 氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

v —— 氢氧化钠标准溶液的用量，单位为毫升 (mL)；

m —— 样品的质量，单位为克 (g)；

0.1061 —— 每毫摩尔 3-巯基丙酸的质量，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)。

A.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02%，取其算术平均值为测定结果。